

„Materialwissenschaftliche Untersuchung des Dragierverhaltens von Zuckeralkoholen“

**von Diplom-Ingenieurin
Andrea Haseleu
aus Berlin**

**Von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades**

**Doktor der Ingenieurwissenschaften
- Dr.-Ing. -**

genehmigte Dissertation

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr. H. Görisch

Gutachter: Prof. Dr. B. Senge

Gutachter: Prof. Dr. H. Kunzek

Tag der wissenschaftlichen Aussprache: 20. Mai 2003

Berlin 2003

D 83

Inhaltsverzeichnis

Inhaltsverzeichnis	I
Abbildungsverzeichnis	VI
Tabellenverzeichnis.....	X
Verzeichnis verwendeter Formelzeichen und Symbole.....	XII
Verzeichnis verwendeter Indizes.....	XIV
Abkürzungsverzeichnis.....	XV
1 Einleitung.....	1
2 Aufgabenstellung.....	3
3 Stand des Wissens.....	5
3.1 Dragieren – eine Überzugstechnik der Lebensmittelindustrie und Pharmazie.....	5
3.1.1 Geschichte überzogener Darreichungsformen	5
3.1.2 Kaugummikissen als Drageekerne.....	5
3.1.2.1 Form und Beschaffenheit von Kaugummikernen.....	5
3.1.2.2 Bestandteile von Kaugummikernen	6
3.1.2.3 Herstellung von Kaugummis	7
3.1.2.4 Unterschiede zwischen zuckerhaltigen und zuckerfreien Kaugummirohmassen.....	8
3.1.3 Die verfahrenstechnischen Aspekte der Kaugummidragierung.....	8
3.1.3.1 Dragierverfahren	10
3.1.3.2 Der Prozeßablauf.....	11
3.1.3.3 Dosierung der Dragierflüssigkeit	12
3.1.3.4 Dynamische Prozesse beim Dragiervorgang.....	12
3.1.3.5 Der Prozeßabschnitt Trocknung/Kristallisation	13
3.1.3.6 Potentielle Komplikationen	15
3.1.3.7 Die technische Entwicklung des Dragierens zu einem automatisierten Prozeß	16
3.1.4 Einsatz von Zusatzstoffen beim Dragieren/Coaten.....	18
3.2 Zuckeraustauschstoffe – Eigenschaften und Verwendung beim Dragiere.....	19
3.2.1 Chemische Struktur und Herstellungsverfahren	19
3.2.2 Physikalisch-chemische Eigenschaften verschiedener Zuckeralkohole	21
3.2.3 Besonderheiten der Zuckeraustauschstoffe beim Dragieren.....	23
3.3 Granulometrische Untersuchungen an dispersen Systemen.....	24
3.3.1 Sedimentationserscheinungen in Suspensionen	24
3.3.2 Experimentelle Bestimmung der Parameter disperser Systeme	25
3.4 Begriffe und Definitionen der Rheologie.....	26
3.4.1 Mikrorheologie oder Molekularrheologie.....	26
3.4.2 Makrorheologie oder phänomenologische Rheologie	27
3.4.2.1 Grundlagen der Makrorheologie	27
3.4.2.2 Deformationsverhalten idealer Körper nach NEWTON und HOOKE	28

3.4.2.3	Verhalten realer, nicht-NEWTONscher Flüssigkeiten	28
3.4.2.4	Viskoelastisches Verhalten von Flüssigkeiten	30
3.4.3	Festkörperrheologie bei Lebensmitteln.....	31
3.4.3.1	Grundsätze der Texturcharakterisierung	31
3.4.3.2	Objektive sensorische Erfassung der Textur	32
3.4.3.3	Instrumentelle Texturanalyse	33
3.5	Effekte in Phasengrenzen beim Dragierprozeß.....	33
3.5.1	Thermodynamik der Phasengrenzen.....	33
3.5.2	Experimentelle Bestimmung der Oberflächenspannung	35
3.5.3	Beeinflussung der Phasengrenze durch grenzflächenaktive Stoffe	36
3.5.4	Benetzung fester Oberflächen.....	36
3.6	Herkunft der untersuchten Medien.....	37
4	Material und Methoden.....	38
4.1	Material.....	38
4.1.1	Rohstoffe.....	38
4.1.2	Probenmaterial für die Messung der Benetzung von Oberflächen	38
4.2	Präparation.....	39
4.2.1	Präparation von Modellösungen und –suspensionen.....	39
4.2.2	Präparation des Dragiermediums	39
4.3	Methoden zur granulometrischen Untersuchung von Suspensionen.....	40
4.3.1	Stabilitätsanalytik disperser Systeme mit einer Lichtstreuermessmethode.....	40
4.3.2	Bestimmung der Partikelgrößenverteilung	41
4.3.3	Durchführung der Partikelgrößenmessung	41
4.4	Bestimmung der rheologischen Kennwerte von Lösungen und Suspensionen.....	42
4.4.1	Untersuchungen an gesättigten, 30 %igen und 60 %igen Lösungen	42
4.4.2	Untersuchung der dynamischen Viskosität von abkühlenden Dragierlösungen.....	43
4.4.3	Spann- und Oszillationsversuche zur Charakterisierung von dispersen Systemen.....	43
4.5	Methoden zur Untersuchung von Phasengrenzen.....	44
4.5.1	Aufbau des optischen Kontaktwinkelmeßgeräts OCA 15	44
4.5.2	Meßmethodik an Phasengrenzen	45
4.5.2.1	Grenzflächenspannung zwischen Luft und Flüssigkeit (Pendant Drop-Methode)....	45
4.5.2.2	Kontaktwinkelmessung auf Kaugummioberflächen (Sessile Drop-Methode)	46
4.6	Meßverfahren zur Bestimmung der Eigenschaften von Kaugummikernen und Dragees.....	46
4.6.1	Methoden zur Bestimmung der Schichtdicke von Dragees	46
4.6.2	Chemische und thermische Analysen	47
4.6.2.1	Wasserbestimmung mit Hilfe der Karl-Fischer-Methode	47
4.6.2.2	Bestimmung von Polyolen im Kern mit Hilfe der Gaschromatographie (GC)	47
4.6.2.3	Identifizierung von Polyolen in der Drageedecke	48

4.6.2.4	Bestimmung des Schmelzbereichs von Kernen.....	48
4.7	Herstellung von Kaugummidragees.....	48
4.7.1	Kurze Funktionsbeschreibung der Dragieranlage.....	48
4.7.2	Durchführung der Dragierungen und Weiterverarbeitung der Produkte	50
4.8	Übersicht der Dragierungen.....	51
4.8.1.1	Einfluß der Kaugummikernqualität auf den Prozeß und die Produktqualität.....	51
4.8.1.2	Vergleich der Dragierungen mit Zucker und Zuckeraustauschstoffen.....	51
4.8.1.3	Einfluß von Maschinenparametern auf den Prozeßablauf und die Produktqualität ..	52
4.8.1.4	Auswirkungen von Zusatzstoffen auf den Prozeßablauf und die Produktqualität....	53
4.8.1.5	Hinweise zur Auswertung der Dragierungen	53
4.9	Meßverfahren zur Bestimmung der Eigenschaften von Kaugummidragees.....	54
4.9.1	Die sensorische Beurteilung von Dragees	54
4.9.2	Instrumentelle Beurteilung von Dragees	54
4.10	Lagerungsbedingungen zur Beurteilung der Stabilität von Kaugummidragees.....	55
4.11	Meßgenauigkeit und Reproduzierbarkeit der angewandten Verfahren.....	56
5	Granulometrische Untersuchungen von Isomalt-Modellsuspensionen.....	57
5.1	Ergebnisse der Untersuchung von Partikelgrößenverteilungen.....	57
5.1.1	Aktivitäten in grobdispersen Systemen	57
5.1.2	Auswirkungen des Einsatzes von Zusätzen auf die Partikelgrößenverteilung.....	59
5.2	Ergebnisse der Stabilitätsuntersuchungen von Isomalt-Modellsuspensionen.....	62
5.2.1	Verhalten von verschiedenen grobdispersen Isomalt-Systemen in Abhängigkeit von der Temperatur.....	62
5.2.2	Beeinflussung des Sedimentationsverhaltens durch Zusatzstoffe	67
5.3	Zusammenfassung der granulometrischen Untersuchungsergebnisse.....	70
6	Rheologisches Verhalten von Dragiermedien.....	71
6.1	Kapillarviskosimetrie.....	71
6.2	Spannversuche an Dragiermedien.....	73
6.2.1	Untersuchungen an acht praxisrelevanten Dragiermedien.....	73
6.2.2	Untersuchung des Einflusses von Zusatzstoffen.....	75
6.3	Temperaturabhängiges Fließverhalten acht praxisrelevanter Dragiermedien.....	79
6.4	Oszillationsuntersuchungen von Dragiermedien.....	81
6.4.1	Untersuchungen an acht praxisrelevanten Dragiermedien.....	81
6.4.2	Untersuchung des Einflusses von Zusatzstoffen.....	86
6.5	Verhalten von kolloidalen Dragiermedien bei Abkühlung.....	87
6.6	Zusammenfassung der Ergebnisse der rheologischen Untersuchungen.....	88
7	Untersuchungsergebnisse des Verhaltens an Grenzflächen.....	90
7.1	Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung.....	90

7.1.1	Reine Polyollösungen und -suspensionen.....	90
7.1.2	Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von Isomalt-Suspensionen mit Zusatzstoffen.....	93
7.2	Konzentrations- und temperaturabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung.....	96
7.2.1	Reine Polyollösungen und -suspensionen.....	96
7.2.2	Grenzflächenspannung von Isomalt-Suspensionen mit Zusätzen.....	98
7.3	Benetzbarkeit von Kaugummikernen.....	99
7.4	Zusammenfassung der Ergebnisse der Untersuchungen an Grenzflächen.....	101
8	Makroengineering - Beschichten von Kaugummikernen mit verschiedenen Medien.....	103
8.1	Charakterisierung und Prozeßbeeinflussung der Kaugummikerne.....	103
8.1.1	Merkmale von verschiedenen Kaugummikernen	103
8.1.2	Bewertung des Dragierprozesses in Abhängigkeit vom Kern und vom Dragiermedium.....	105
8.1.3	Auswertung der Lagerstabilität unterschiedlicher Kerne.....	110
8.1.3.1	Lagerung unter Umgebungsbedingungen – sensorische Bewertung (25 °C und 45 % r.F.)	110
8.1.3.2	Lagerung unter Umgebungsbedingungen – instrumentelle Bewertung (25 °C und 45 % r.F.)	111
8.1.3.3	Lagerung bei 60 % r.F. und 70 % r.F. in Z-Klick-Boxen und Alu-Beuteln	111
8.2	Dragierungen mit Zucker und Zuckeralkoholen.....	112
8.2.1	Lösungs- und Suspensionsdragierung.....	112
8.2.1.1	Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität.....	112
8.2.1.2	Analyse der Mikroebene von Drageedecken.....	115
8.2.1.3	Auswertung der Lagerstabilität	116
8.2.2	Dragierungen nach für Maltit empfohlenen Bedingungen	118
8.2.2.1	Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität.....	118
8.2.2.2	Auswertung der Lagerstabilität - Maltitbedingungen.....	121
8.2.3	Isomalt GS-Dragierungen mit unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten	122
8.2.3.1	Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität – Isomalt GS mit unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten	122
8.2.3.2	Auswertung der Lagerstabilität	123
8.3	Auswertung des Einflusses von Maschinenparametern auf den Prozeßablauf und die Produktqualität.....	
8.4	Auswertung des Einflusses von Zusätzen auf das Dragieren.....	126
8.4.1	Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität	127
8.4.2	Auswertung der Lagerstabilität - Einfluß von Zusatzstoffen.....	130
8.5	Zusammenfassung der Dragierungen.....	132
9	Hinweise für weiterführende Arbeiten.....	134
10	Zusammenfassung.....	135

11 Literaturverzeichnis.....	137
12 Anlagen.....	XVII
12.1 Anlagen: Abbildungen.....	XVII
12.2 Anlagen: Tabellen.....	LI

Abbildungsverzeichnis

Abb. 3-1: Darstellung der Einflüsse auf die Produktqualität beim Dragieren.....	9
Abb. 3-2: Schematische Darstellung der Rollvorgänge im Dragierkessel ^[32]	13
Abb. 3-3: Die drei Trocknungsabschnitte ^[45]	14
Abb. 3-4: Einfacher, offener Dragierkessel ^[37]	16
Abb. 3-5: Schematische Darstellung eines modernen halbautomatischen DRIACOATERS	17
Abb. 3-6: Enzymatische Umlagerung der Saccharose in Isomaltulose	20
Abb. 3-7: Katalytische Hydrierung der Isomaltulose	21
Abb. 3-8: Viskositätsverhalten von Zuckeralkoholen im Sättigungszustand ^[91]	22
Abb. 3-9: Löslichkeit von Polyolen in Abhängigkeit von der Temperatur ^[76]	22
Abb. 3-10: Schematische Darstellung des Fließverhaltens NEWTONscher und nicht- NEWTONscher Flüssigkeiten ^[112]	29
Abb. 3-11: Strukturviskose Fluide ^[113] im Ruhezustand und unter Scherbeanspruchung.....	29
Abb. 3-12: Phasengrenze Flüssigkeit/Dampf ^[107] . Anordnung der nächsten Nachbarn für ein Teilchen A in der Phasengrenze und ein Teilchen B im Volumen der Flüssigkeit.....	34
Abb. 3-13: Am Kapillaraustritt hängender Tropfen ^[125]	36
Abb. 3-14: Grundstruktur eines grenzflächenaktiven Stoffes ^[128]	36
Abb. 3-15: Flüssigkeitstropfen als Kugelsegment. σ_1 Oberflächenspannung der Flüssigkeit, Θ Rand- winkel, z Tropfenhöhe, r_T Tropfenradius, l Kugelradius.....	37
Abb. 4-1: Schematische Darstellung des Turbiscans ^[130]	41
Abb. 4-2: Schematische Darstellung des optischen Systems LA-300 ^[131]	41
Abb. 4-3: Aufbau des Kontaktwinkelmeßgeräts OCA 15 mit automatischer Dosierung ^[135]	45
Abb. 4-4: P&I Fließbild des DRC 500/600 Vario von DRIAM ^[139]	49
Abb. 4-5: Prinzipskizze der Luftkonditionierung.....	50
Abb. 4-6: Darstellung einer TPA-Meßkurve mit Schwellenwertangabe	55
Abb. 5-1: Zeitabhängige Partikelgrößenverteilung von Isomalt ST-Suspensionen unterschiedlicher Feststoffanteile bei 40 °C.....	58
Abb. 5-2: Zeitabhängige Partikelgrößenverteilung von Isomalt GS-Suspensionen unterschiedlicher Feststoffanteile bei 40 °C.....	58
Abb. 5-3: Entwicklung des Faktors D bei Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen (40 °C).....	60
Abb. 5-4: Entwicklung des Faktors D bei Isomalt GS-Suspensionen mit Zusätzen (40 °C)	60
Abb. 5-5: Partikelgrößenverteilung originaler Isomalt-Dragiersuspensionen.....	62
Abb. 5-6: Rückstreuung - Isomalt ST-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{\text{probe}} = 0$ min	63
Abb. 5-7: Transission - Isomalt ST-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{\text{probe}} = 0$ min	63
Abb. 5-8: Transmission - Isomalt ST-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{\text{probe}} = 210$ min	63
Abb. 5-9: Entmischungskinetik - Δ BS und Δ TR, Isomalt ST-Suspension mit FS = 10 %, T = 40 °C.....	64
Abb. 5-10: Entmischungskinetik - Δ BS und Δ TR, Isomalt GM-Suspension mit FS = 10 %, T = 40 °C.....	64

Abb. 5-11: Rückstreuung - Isomalt GS-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, t _{Probe} = 0 min, nach 26 h Standzeit.....	65
Abb. 5-12: Sedimentationsverhalten von Isomalt-Systemen bei 40 °C	66
Abb. 5-13: Aufklarverhalten von Isomalt-Systemen bei 40 °C	66
Abb. 5-14: Temperaturabhängige Destabilisierung von Isomalt-Modellsuspensionen mit FS = 10 %.....	66
Abb. 5-15: Sedimentbildung - Einfluß von TiO ₂ und/oder Ga bei Isomalt ST- und Isomalt GM- Suspensionen	68
Abb. 5-16: Aufklärung - Einfluß von TiO ₂ und/oder Ga auf die Stabilität von Isomalt ST - Suspensionen	68
Abb. 5-17: Sedimentbildung - Einfluß von TWEEN 60 auf die Stabilität von Isomalt ST- und Isomalt GS-Suspensionen.....	69
Abb. 5-18: Aufklärung - Einfluß von TWEEN 60 auf die Stabilität von Isomalt ST- und Isomalt GS-Suspensionen.....	70
Abb. 6-1: Darstellung der dynamischen Viskosität von 60 %igen Polyol-Lösungen im Vergleich mit Saccharose ^[36]	71
Abb. 6-2: Darstellung der scheinbaren Viskosität η_{sc} von gesättigten Kohlenhydratlösungen.....	72
Abb. 6-3: Rheogramm von 70 %igen Lösungen aus Isomalt GS, Isomalt ST und Maltit	74
Abb. 6-4: Zeitabhängige Gleichgewichtviskosität $\eta_{\infty} < 250$ mPas mit Angabe des Fließindex n von Isomalt GS-Suspensionen mit verschiedenen Zusätzen, T _A = 40 °C	76
Abb. 6-5: Zeitabhängige Gleichgewichtviskosität $\eta_{\infty} < 250$ mPas mit Angabe des Fließindex n von Isomalt ST-Suspensionen mit verschiedenen Zusätzen, T _A = 55 °C	76
Abb. 6-6: Prozentuale Viskositätsänderung und Entwicklung des K-Faktors von Isomalt GS- Suspensionen innerhalb 210 min Lagerung	77
Abb. 6-7: Temperaturabhängige Viskositätsverläufe von Dragiermedien bei $\dot{\gamma} = 50 \text{ s}^{-1}$	80
Abb. 6- 8: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt GS-Lösung	81
Abb. 6-9: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Maltit-Lösung.....	82
Abb. 6-10: Mikrorheologische Untersuchung einer 70 %igen Isomalt GS-Lösung	83
Abb. 6-11: Mikrorheologische Untersuchung einer 70 %igen Isomalt ST-Lösung	83
Abb. 6-12: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt ST-Lösung	84
Abb. 6-13: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt ST-Suspension.....	84
Abb. 6-14: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt GS/ST-Suspension	85
Abb. 6-15: Rheologischer Verlauf von abkühlenden Maltit-, Isomalt GS- und Isomalt ST-Lösungen	87
Abb. 7-1: Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von Polyollösungen.....	90
Abb. 7-2: Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von gesättigten Isomalt ST-Lösungen	91
Abb. 7-3: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung reiner Isomalt ST-Lösungen und Suspensionen	92
Abb. 7-4: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung reiner Isomalt GS-Lösungen und - Suspensionen	92
Abb. 7-5: Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen versetzt mit verschiedenen Zusatzstoffen (50 °C)	94

Abb. 7-6: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen mit verschiedenen Zusätzen, minimale Konzentration	94
Abb. 7-7: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von sIsomaltsuspensionen mit unterschiedlichen Zusätzen, minimale Konzentration	95
Abb. 7-8: Oberflächenspannung von Xylit-, Sorbit- Isomalt ST- und Isomalt GM-Lösungen und die Überprüfung des Meßsystems (Pendant Drop- vs. Plattenmethode)	97
Abb. 7-9: Meßergebnisse der optischen Methode mit Angabe der Abweichungen der Vergleichsmessung mittels Plattenmethode	98
Abb. 7-10: Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen im Temperaturbereich 25 °C bis 70 °C mit unterschiedlichen Zusatzstoffen	98
Abb. 7-11: Einfluß von Zusätzen auf die Oberflächenspannung von Isomalt-Suspensionen (50 °C) ..	99
Abb. 7-12: Tropfenverformung auf unterschiedlich behandelten Oberflächen – Kerntyp KI	100
Abb. 7-13: Tropfenverformung auf unterschiedlich behandelten Oberflächen – Kerntyp KIII.....	101
Abb. 8- 1: Geometrien von zwei unterschiedlichen Kaugummikernen.....	104
Abb. 8-2: Änderungen des Auftrags in bestimmten Phasen in Abhängigkeit von der Kernform	105
Abb. 8-3: Gegenüberstellung der normierten Dragiergeschwindigkeit $t_{33} \%$ und der Geschwindigkeit für 800 µm Deckendicke.....	106
Abb. 8-4: Sensorische Bewertung von Isomalt-Produkten mit unterschiedlichen Kernen	107
Abb. 8-5: Instrumentelle Bewertung von Isomalt-Produkten mit unterschiedlichen Kernen	108
Abb. 8-6: REM-Aufnahme - Übergang Kern (K_{flach}) und Decke eines Isomalt GS-Dragees (x500fach)	108
Abb. 8-7: REM-Aufnahme - Übergang Kern (K_{Pellet}) und Decke eines Isomalt GS-Dragees (x500fach)	108
Abb. 8-8: REM-Aufnahme - Übergang Kern ($K_{\text{elliptisch}}$) und Decke eines Isomalt GS-Dragees (x500fach)	109
Abb. 8-9: REM-Aufnahme - Übergang Kern und Decke eines handelsüblichen Isomalt GS-Dragees (x500fach)	109
Abb. 8-10: Isomalt GS-Dragee - Deckenaufbau (x500fach, K_{flach})	110
Abb. 8-11: Isomalt GS-Decke nahe beim Kern (x1000fach, K_{flach})	110
Abb. 8-12: Isomalt GS-Decke 300 µm Richtung Oberfläche (x1000fach, K_{flach})	110
Abb. 8-13: Vergleich von Prozeßparametern bei Verwendung unterschiedlicher Rohstoffe	113
Abb. 8-14: Sensorische Bewertung von Produkten aus der Lösungs- und Suspensionsdragierung mit 4 unterschiedlichen Polyolen (K_{flach})	113
Abb. 8-15: Sensorische Bewertung von Produkten der Lösungsdragierung mit unterschiedlichen Polyolen ($K_{\text{elliptisch}}$).....	114
Abb. 8-16: Deckenstruktur aus Isomalt GS-Lösung (x1000fach)	115
Abb. 8-17: Deckenstruktur aus Isomalt ST-Lösung (x1000fach)	115
Abb. 8-18 Deckenstruktur aus Maltit-Lösung (x1000fach)	115
Abb. 8-19: Deckenstruktur aus Saccharose-Lösung (x1000fach)	115
Abb. 8-20: Sensorische Ergebnisse der Dragierungen mit dem F- und Z-Programm mit Maltit und Isomalt GS	119
Abb. 8-21: Sensorische Ergebnisse von Maltit-Produkten dragiert nach dem L-Programm im Vergleich mit einem Isomalt GS-Produkt.....	120

Abb. 8-22: REM-Aufnahme - Maltit-Dragee, L-Programm (x1000fach)	120
Abb. 8-23: REM-Aufnahme - Isomalt GS-Dragee, Suspension, Pr. 1 (x1000fach)	120
Abb. 8-24: Prozeßparameter und Produktqualität der Isomalt GS-Dragerungen mit unterschiedlichem Trockensubstanzgehalt	122
Abb. 8-25: Einfluß der Maschinenparameter auf die Dragiergeschwindigkeit und die Ausbeute	124
Abb. 8-26: Einfluß der Maschinenparameter auf sensorische Merkmale	125
Abb. 8-27: Einfluß der Zusätze Ga, TiO ₂ und TW 60 auf die Dragierzeit und die Ausbeute	127
Abb. 8-28: Einfluß der Zusätze Ga, TiO ₂ und TW 60 auf sensorische Merkmale	128
Abb. 8-29: Einfluß der Zusätze GA, TiO ₂ und TW 60 auf instrumentelle Merkmale	129

Tabellenverzeichnis

Tab. 3-1: Richtlinie einer Rezeptur für zuckerfreie Kaugummis ^[15]	6
Tab. 3-2: Unterschiede zwischen Hart- und Weichdragierung von zuckerfreien Kaugummis	10
Tab. 3-3: Gegenüberstellung der Besonderheiten von Dragierphasen	12
Tab. 3-4: Häufige verfahrenstechnische und stoffspezifische Schwierigkeiten beim Dragieren	15
Tab. 3-5: Zusatzstoffe für Kaugummis ^[67]	18
Tab. 3-6: Übersicht über verschiedene Zuckeraustauschstoffe ^[76]	20
Tab. 3-7: Physikalisch-chemische Eigenschaften von Polyolen	21
Tab. 3-8: Modelle ^[111] für strukturviskose nicht-NEWTONsche Flüssigkeiten.....	30
Tab. 4-1: Übersicht verwendeter Zusatzstoffe mit Konzentrationsangaben c.....	38
Tab. 4-2: Technische Daten der verwendeten Mikro-Ubbelohden ^[132]	42
Tab. 4-3: Technische Spezifikation der Zylindersysteme Z1 DIN und Z3 DIN nach DIN 53 019 und DIN 54 453	44
Tab. 4-4: Übliche Arbeitsbedingungen der Dragierungen mit dem DRC Vario 500/600	50
Tab. 4-5: Dragierungen zum Thema Einfluß der Kernqualität	51
Tab. 4-6: Übersicht der Dragierungen mit unterschiedlichen Zuckeralkoholen	52
Tab. 4-7: Bedingungen und Parameter der Untersuchungsreihe - Maschinenparameter (MPA).....	52
Tab. 4-8: D-optimaler Versuchsplan mit Wechselwirkungen für Dragierungen und rheologische Untersuchungen mit Isomalt GS-Suspension (40 °C; TS _{Polyol} = 65,8 %).....	53
Tab. 5-1: Kenndaten der Partikelgrößenverteilung von Isomaltsuspensionen (40 °C).....	59
Tab. 5-2: Tabellarischer Überblick des Einflusses von Zusatzstoffen auf die Entwicklung der Partikelgrößen	61
Tab. 5-3: Entmischungs- und Aufklargeschwindigkeit von Isomalt GM- und Isomalt ST- Suspensionen in Abhängigkeit der Lagerzeit.....	65
Tab. 6-1: Berechnete Scherraten der Kapillarviskosimetrie von gesättigten Lösungen.....	73
Tab. 6-2: Gleichgewichtsviskosität η_{∞} von Dragiermedien der jeweiligen Arbeitstemperatur (T_A) ermittelt durch Spannversuche.....	74
Tab. 6-3: Regressionsdaten Isomalt GS- und Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen	77
Tab. 6- 4: Kennwerte von Suspensionen berechnet mit Hilfe der ‚statistischen Versuchsplanung‘	79
Tab. 6-5: Eckdaten der makroskopischen Untersuchung von Dragiermedien im Temperaturbereich von 70 °C bis 10 °C mit konstanter Scherrate von 50 s ⁻¹	80
Tab. 6-6: Kenndaten zur Charakterisierung des mikrorheologischen Verhaltens von Polyollösungen.....	82
Tab. 6-7: Charakteristische Temperaturen der Phasenumwandlungen: T ₁ - Start der Kristallisation, T ₂ - Phasenübergang und T ₃ - Ende der Feststoffbildung.....	85
Tab. 6-8: Überblick des maximalen Speichermoduls kristallisierender Dragier-Systeme.....	85
Tab. 7-1: Durchschnittliche Oberflächenspannungsverringerung von Polyollösungen.....	91
Tab. 7-2: Auswirkungen von Zusatzstoffen auf die Oberflächenalterung	95
Tab. 7-3: Kontaktwinkel von Wasser auf vier Kaugummikernen unterschiedlicher Oberflächenbehandlung	100

Tab. 8-1: Chemische und physikalische Charakterisierung von Kaugummikernen (K).....	103
Tab. 8-2: Geometrische Daten von Kaugummikernen.....	104
Tab. 8-3: Tabellarische Darstellung der Ergebnisse der statistischen Auswertung - MPA.....	126
Tab. 8- 4: Parameter der berechneten optimalen Dragierung.....	126
Tab. 8-5: Tabellarische Darstellung der Ergebnisse der statistischen Auswertung - ZS.....	130

Verzeichnis verwendeter Formelzeichen und Symbole

Symbol	Bezeichnung	Einheit
A	Fläche/Oberfläche	m^2
a	Kantenlänge	m
B	Breite	m
b	Kantenlänge	m
BV	sensorisches Bruchverhalten	-
C	Exponent: Bestimmung der Regression der temperaturabhängigen Viskosität	K
CZ	Crunch-Zahl	-
c	Konzentration	%
D	Verhältnis der Partikelgrößenverteilung zu unterschiedlichen Zeiten	-
DH	Deckenhärte	N
d	Durchmesser	m
E	„Elastizität“	N/mm^2
E_A	Fließaktivierungsenergie	kJ/kmol
e	Schichtdicke > 600 μm	μm
F	Kraft	N
FF	Formfaktor zur Charakterisierung eines Kaugummikerns	-
f	Schichtdicke < 600 μm	μm
f	Frequenz	Hz
G	Schub- bzw. Gleitmodul	Pa
G^*	komplexer Schub- bzw. Gleitmodul	Pa
G'	elastischer Modul, Speichermodul	Pa
G''	viskoser Modul, Verlustmodul	Pa
g	Erdbeschleunigung, Schwerkraftkonstante	m/s^2
H	Höhe	m
h	Kantenlänge	m
I_0	Lichtstärke	cd
i	imaginäre Zahl	-
K	Viskositäts-/Konsistenzfaktor	kg/ms^{2-n}
KA	Kauarbeit	Nm
KH	Kernhärte	N
KN	sensorische Knusprigkeit	-
Ko	Komplexe Viskosität	Pas
$Koeff$	Frenkel-Eyring-Konstante	mPas
K_4	Korrekturzahl	m
L	Länge	m
LA	sensorische Lautstärke/Geräusch	-
l	Kugelradius	m
n	Fließindex	-
n_i	Brechungsindex	-
n_s	engl. Span, Breite der Partikelgrößenverteilung	-
p	Druck, Spannung	Pa
p_K	Krümmungsdruck	Pa
R	allgemeine Gaskonstante	kJ/kmol
R^2	Bestimmtheitsmaß der Regression	-
r	Radius	m
SG	sensorischer Gesamtwert	-
T	Temperatur	$^{\circ}\text{C}$
T_A	Arbeitstemperatur der Dragiermedien	$^{\circ}\text{C}$
T_m	Schmelztemperatur	$^{\circ}\text{C}$
t	Zeit	s
tKN	technische Knusprigkeit	-
t'	Hagenbach-Korrektur	s
V	Volumen	ml
v	Wachstumsgeschwindigkeit	$\mu\text{m/s}$

Symbol	Bezeichnung	Einheit
v_{BS}	Sedimentbildungsgeschwindigkeit	$\Delta\text{BS}/\text{min}$
v_{se}	Sinkgeschwindigkeit <i>Stokes</i>	m/s
v_{TR}	Aufklargeschwindigkeit	$\Delta\text{TR}/\text{min}$
v_W	Wachstumsgeschwindigkeit	$\mu\text{m}/\text{s}$
w_A	Grenzflächenarbeit	J
WR	Wölbungsradius	mm
X_G	Gutsfeuchte, Wassergehalt	$\text{g}_{\text{Wasser}}/\text{kg}_{\text{tr.Luft}}$
x	Partikelgröße	μm
x_{95}	Partikelgröße	μm
z	Tropfenhöhe	mm
β_l	Winkel	°
δ	Phasenverschiebungswinkel	°
Δ	Differenz	-
γ	Deformation	-
$\dot{\gamma}$	Schergefälle, Schergeschwindigkeit	s^{-1}
η	dynamische Viskosität	Pas
η_∞	Gleichgewichtsviskosität bei $\dot{\gamma} = 100\text{s}^{-1}$	Pas
λ	Wellenlänge	m
θ	Streuwinkel	°
Θ	Kontakt-, Randwinkel	°
ρ	Dichte	kg/m^3
σ	Grenzflächenspannung	N/m
τ	Schubspannung	Pa
ν	kinematische Viskosität	m^2/s
ω	Kreisfrequenz = $2\pi f$ = Winkelgeschwindigkeit	s^{-1}

Verzeichnis verwendeter Indizes

Index	Bedeutung
A	Arbeit
a	Anfang
BS	Rückstreuung
ber.	berechnet auf gelöste Menge
e	Ende
EA	Einzelauftrag
F	fest
Fl	Fluid
G, E	Restfeuchte
G, H	Feuchte im Sorptionsgleichgewicht
G,k1	Knickpunktsfeuchte 1
G,k2	Knickpunktsfeuchte 2
G,l	Anfangsfeuchte
gesamt	Summe
Hy	Hysterese
i	innen
K	Kugel
Kissen	Synonym für Kissenform
Knick	Phasenumwandlungspunkt
l	liquid = flüssig
Lsg.	Lösung
max	Maximum
min	Minimum
M	Median
N	NEWTON
P	Partikel
Probe	Probenahme
S	Span
Sus.	Suspension
s	solid = fest
sc	scheinbar
se	Sedimentation
T	Tropfen
TR	Transmission
Tr.	Trocknung
tat.	tatsächlich
tr.Luft	trockene Luft
Vt.	Verteilung
0, 1, 2 ... n	zeitlicher Zustand
33 %	Angabe des SOLL-Deckenanteils von 33 %
800 µm	Berechnung der Dragierzeit auf Schichtdicke von 800 µm

Abkürzungsverzeichnis

Abkürzung	Bedeutung
Adj. R^2	engl. adjust R^2 : speziell angepaßte Regression (Statistik)
Alu	Aluminium
Bed.	Bedingungen
BS	Backscattering
C	Coaten/Dragerung
CCD	Charge-coupled device
CMC	Carboxylmethylcellulose
DIN	Deutsches Institut für Norm
FS	Feststoffanteil, Menge an Pulver des jeweiligen Zuckeralkohols
FTIR	Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie
F-1, F-Programm	ausgewähltes Dragerprogramm nach Fa. Choc Frey
Ga	Gummi arabicum
GC	Gaschromatografie
GM	Produkt Isomalt GM
GPM	1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-mannit
GPS	6-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit
GS	Produkt Isomalt GS
HPLC	High performance liquid chromatography
K	Kernrohling
K _{eben}	sehr ebener Kern, unbekannte Firma aus Marokko
K _{elliptisch} , KIII	elliptischer Kern
K _{flach} , KII	flacher Kern
K _{Pellets} , KI	pelletförmiger Kern
KIV	Kernrohling, quadratisch
KF-Titration	Karl-Fischer-Titration
k.A.	keine Angaben
LMBG	Lebensmittel-und Bedarfsgegenstands-Gesetz
Lsg.	Lösung
L-1, L-Programm	Dragerung nach dem Lycoat [®] -Verfahren
l	lineare Kurve
M	Median
Mal.	Maltit
MC	Methylcellulose
MPA	Maschinenparameter
mod. St.	modifizierte Stärke
n.m.	nicht meßbar
PE	Polyethylen
PET	Polyethylentemephtalat
Pr.	Programm
PVAC	Polyvinylacetat
p	parabel-ähnlicher Kurvenverlauf
REM	Raster-Elektronen-Mikroskopie
Residual df	Abweichung zwischen Modell und tatsächlichem Ergebnis (Statistik)
Rez.	Rezeptur
RMS Error	engl. root mean squared error (Statistik)
RRF	Raffinade extra fein
R-1, R-Programm	herkömmliches Dragiervfahren mit Maltit der Fa. ROQUETTE
r.F.	relative Feuchte
Sac.	Saccharose
sat.	gesättigter Zustand
sen.	sensorisch
Sp 70	Zuckerester Sisterna SP 70
STABW	Standardabweichung/Standardabweichung-N
ST	Produkt Isomalt ST
Sus.	Suspension
TG	thermogravimetrische Analyse
TiO ₂	Titandioxid

Abkürzung	Bedeutung
TPA, iTPA	Textur Profil Analysator
TR	Transmission
TS	Trockensubstanz
TW 60	TWEEN 60
Typ PF	pulverfeine Partikelgrößenverteilung
Typ M	mittelfeine Partikelgrößenverteilung
T ₁	Start Kristallisation
T ₂	Phasenübergang
T ₃	Ende Feststoffbildung
V	Versuch
Var.	Rezepturvariante
VE	vollentsalzt
V.Osz	Oszillationsversuche
V.S	Spannversuche
V.T	Torsionsversuche mit abkühlenden Medien
V.50	Spannversuch bei konstanter Schergeschwindigkeit mit Abkühlung
Xa	Xanthan
ZAFES	Zentralanalytik, Forschung, Entwicklung und Services
ZS	Zusatzstoff
ZZulVO	Zusatzstoff-Zulassungsverordnung
Z-Klick	Verpackungseinheit bestehend aus Karton mit Schnappdeckel
Z-1, Z-Programm	Dragierprogramm in der ZAFES erarbeitet
↓	sofort

1 Einleitung

Das Dragee ist eine beliebte und weit verbreitete Süßware. Es entsteht durch das schichtweis Überziehen eines festen Kerns, hier das Kaugummikissen, mit einer gesättigten Zucker- oder Zuckeralkohollösung. Diese Überzugstechnik findet auch mit anderen Stoffen nicht nur in der Lebensmittelindustrie (Süßwaren und Snacks), sondern auch in der Pharmazie, Chemie, Saatgut- und Tierfutterindustrie Verwendung.

Die angebotene Vielfalt und Anzahl dragierter Produkte wächst. Besonders im Kaugummibereich ist spätestens seit 1994^[1] auf dem deutschen Markt ein deutlicher Trend zu zuckerfreien Kaugummidragees^[2] zu erkennen. Der Marktanteil^[1] betrug bereits damals ca. 55 %. Im Jahre 2001 erreichte das Teilsegment „zuckerfreie Dragees“ das größte Wachstum^[3] mit 44 %.

Der Trend^[4], zuckerfreie Süßwaren auf den Markt zu bringen, setzte bereits in den 70er Jahren ein. Die Konsumenten werden durch die Auslobungen von Zahnpflegekaugummis^[5, 6] wie „nicht-kariogen“, „medizinisch“ und „kosmetisch“ angesprochen. In den Anfängen der Herstellung zuckerfreier Kaugummis wurden Zuckeraustauschstoffe der 1. Generation^[4] verwendet. Dies sind vor allem Sorbit und Xylit. Das ab 1950 technisch produzierte Sorbit ist ein preiswertes Zuckeralkohol und ist sehr weit verbreitet. Durch die Entwicklung weiterer Zuckeraustauschstoffe in den 90er Jahren wie Isomalt und Maltit konnten Produkte mit spezielleren Qualitätsmerkmalen hergestellt werden. Der Wettbewerb unter den Polyolherstellern stieg an. Zum einen mußten aus verfahrenstechnischer Sicht Herstellungstechnologien verbessert und zum anderen die Produktvarianten erweitert werden. Zwar ist die Wachstumsprognose für den Markt für Zuckeraustauschstoffe sehr positiv, doch der Preisdruck nimmt zu. So wird erwartet, daß das Verkaufsvolumen^[7] von 1,397 t im Jahre 2000 um ca. 2,7 % auf 1,597 t bis zum Jahr 2005 ansteigt. Doch die Preisentwicklung wird rückläufig sein, so daß die im Jahr 2001 umgesetzten 1.293,5 Mio. \$ nur um 1,3 % ansteigen werden.

Mit Isomalt, dem Zuckeraustauschstoff der *Palatinit Süßungsmittel GmbH Mannheim*, findet seit ca. 1994 eine kontinuierliche Produktentwicklung für zuckerfreie Kaugummidragees statt^[8]. In den letzten Jahren wurden weitere Isomalt-Varianten^[9] für den Schokoladen-, Hartkaramellen-, Komprimaten- und Dragiersektor entwickelt. Speziell für das Dragieren wird das Isomalt GS hergestellt. Durch das weite Spektrum an Isomalt-Varianten kann stärker auf Kundenanforderungen hinsichtlich spezieller individueller Produktqualitäten eingegangen werden. Der Stellenwert der beiden Isomalt-Varianten, Isomalt ST und Isomalt GS, gegenüber anderen Zuckeralkoholen wird in dieser Arbeit untersucht.

Was die Dragiertechnologie angeht, so wurde sie in den letzten 30 Jahren nicht nur in der Pharmazie, sondern auch in der Süßwarenindustrie entscheidend verbessert. Es fand eine Entwicklung vom einfachen Auftragen der Lösung mit der Schöpfkelle im offenen Kessel bis zum automatisierten

Prozeß im geschlossenen System statt. In Zusammenarbeit mit der Zentralanalytik, Forschung, Entwicklung und Services (*ZAFES*) der *Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt* wurden die Versuche an einer modernen, geschlossenen Anlage im Technikumsmaßstab durchgeführt.

Der Erfolg des Dragierens hängt heute noch maßgeblich vom Geschick des Dragiermeisters ab. In Abhängigkeit vom Rohstoff, von der Kernart und von der apparativen Ausrüstung müssen individuelle Produktionsverfahren entwickelt werden. Für die klassische Dragierung mit Saccharose wurde schon in den 70er Jahren erkannt, daß für die Fabrikation und Qualität von Süßwaren die physikalisch-chemischen Eigenschaften^[10] des Rohstoffs berücksichtigt werden müssen. Durch das Verfahren und den gewählten Rohstoff wird die Eigenschaft des Produkts hinsichtlich Härte, Knusprigkeit u.a. beeinflusst. Speziell für die Isomalt-Varianten wird versucht, bestimmte Eigenschaften von Dragees zu ermitteln und bestimmte Dragierverfahren, wie z.B. ein schnelles Verfahren zu ermöglichen.

Wissenschaftliche Methoden wie Sedimentationsanalyse von Suspensionen im Schwerfeld, Laserbeugungsmessungen der Partikel in Suspensionen, Kapillar-, Oszillations- und Spannversuche sowie die Untersuchung an Phasengrenzen bei Dragiermedien und Kaugummikernen, sollen die Optimierung des Prozesses unterstützen. Es werden eine Vielzahl von Dragiermedien auf ihre Stabilität, Polydispersität, rheologische Strukturgegebenheiten und ihr Benetzungsverhalten untersucht. Zusätzlich wird der Einfluß verschiedener Zusätze hinsichtlich deren Einsatz als technischer Hilfsstoff oder qualitätsverbessernde Substanz ermittelt.

Im Laufe der Untersuchungen stellte sich heraus, daß der Erfolg des Dragierens auch maßgeblich vom Kaugummikern abhängt. Die Beeinflussung beruht auf der Oberflächenbeschaffenheit und der gegebenen Geometrie des Kaugummikerns. Zur Beurteilung der Endproduktqualität finden die Sensorik und die instrumentelle Texturanalyse Verwendung. Für die Charakterisierung der Produkte werden eigene Texturattribute wie Knusprigkeit, Bruchverhalten und Härte eingeführt und verwendet. Mit Hilfe der Texturanalyse wird die Lagerstabilität von Kaugummidragees im Hinblick auf verschiedene Lagerbedingungen und Verpackungsmaterialien beurteilt.

2 Aufgabenstellung

Ziel dieser Arbeit ist die Optimierung der Prozeßabläufe des Dragierens, um eine gesicherte Technologieführung gewährleisten zu können. Dadurch soll mit dem gegebenen Equipment ein Produkt mit definierter Qualität problemfrei hergestellt werden. Zur Beurteilung der Produktqualität sind Produktmerkmale zu erfassen und zu definieren.

Die Arbeit befaßt sich mit den vier folgenden Themen:

- materialwissenschaftliche Kennwerte der Dragiermedien im Processing,
- Kaugummikerne und deren materialwissenschaftliche Charakterisierung,
- Dragiertechnologie/-prozess,
- Sensorische Bewertung der Produkte (Texturmerkmale).

Untersucht werden hauptsächlich die Zuckeralkohole der neuen Generation Isomalt ST, Isomalt GS und Maltit. Diese für die Herstellung zuckerfreier Produkte wichtigen Zuckeralkohole werden ergänzt durch die Referenzsubstanz Saccharose. Des weiteren werden andere Zuckeralkohole, wie Isomalt GM, Xylit und Sorbit untersucht.

Zum Verständnis der in der Mikroebene ablaufenden Prozesse werden Untersuchungen zur Ermittlung der **materialwissenschaftlichen Kennwerte** eingesetzter Dragierlösungen und -suspensionen durchgeführt. Darunter sind die physikalischen Kennwerte wie Partikelgrößenverteilung, Sedimentationsverhalten, Viskositätsverhalten und Grenzflächenspannung zu verstehen. Es wird das zeitabhängige Verhalten untersucht, um Kenntnisse über Art und Ausmaß von Änderungen der Medien während der Prozeßzeit zu erhalten. Für den technologischen Prozeß nicht unerheblich ist das Phasenumwandlungsverhalten von Dragiermedien, wodurch abgeschätzt werden kann, wie sich das Dragiermedium im längsten Prozeßabschnitt, die Trocknung bzw. Kristallisation, verhält. Es werden nicht nur praxisrelevante Dragiermedien untersucht, sondern auch der Einfluß von verschiedenen Zusätzen.

Besonderes detailliert soll auf den Einfluß des **Kaugummikerns** auf den Prozeßablauf eingegangen werden. Vier verschiedene Kernqualitäten werden mit Isomalt ST- und Isomalt GS-Lösungen dragiert. Diese Versuche werden hinsichtlich des Prozeßablaufes als auch der Produktqualität verglichen. Vor allem die Geometrieverhältnisse und die Zusammensetzung werden näher untersucht. Zusätzlich wird die Lagerstabilität der unterschiedlichen Drageequalitäten untersucht. Durch die Ermittlung des Kontaktwinkels kann eine Aussage über die Benetzbarkeit des Kerns getroffen werden.

Zur Optimierung der **Technologieführung** gehört das Verständnis der Rohstoffeigenschaften, was die optimale, individuelle Anpassung der Verfahrensparameter auf den einzelnen Rohstoff bedeutet. Daher werden Lösungsdragierungen mit Isomalt GS, Isomalt ST, Maltit und Saccharose auf der Basis von zwei verschiedenen Kernen durchgeführt und verglichen. Hinzu kommt der Vergleich zu

Suspensionsdragierungen. Diese Dragierungen werden unter den optimalen Bedingungen der Iso-malt-Varianten durchgeführt.

Die existierenden Dragierprogramme und Bedingungen für Maltit werden zusätzlich auf Iso-malt GS übertragen und untersucht. Es soll erfaßt werden, inwieweit der Rohstoff vom Programm abhängig bzw. wie flexibel der Rohstoff einsetzbar ist.

Durch Veränderungen von Maschinenparametern sollen zusätzliche Kenntnisse gewonnen werden, die bei zukünftigen Komplikationen des Handlings zur Ursachenbehebung als ‚know-how‘ vorliegen sollen. Es werden an den Parametern Programm, Trommeldrehzahl und Trocknungsluftfeuchtigkeit verschiedene Einstellungen durchgeführt und die Wirkung auf den Prozeßablauf und die Qualität des Produktes ermittelt. Diese Versuche werden mit der Standardrezeptur der Iso-malt GS-Suspension (40 °C) durchgeführt. Das Versuchsprogramm wird mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung zusammengestellt.

Es werden nicht nur Dragierungen mit unterschiedlichen Zuckeralkoholen verglichen, sondern zusätzlich die Beeinflussung von Zusätzen näher untersucht. Sowohl gängige Zusätze, wie Gummi arabicum, Titandioxid und TWEEN 60, als auch für die Dragierung weniger gängige Zusätze, wie Zuckerester Sisterna SP 70 und Carboxymethylcellulose werden verwendet.

Im Abschnitt **sensorische Bewertung** werden die produzierten Dragees instrumentell und human sensorisch beurteilt. Es sollen charakteristische Merkmale für jeden Rohstoff erfaßt werden, wobei Saccharoseprodukte als Referenz zur Verfügung stehen. Außerdem wird die sensorische Beurteilung der Produkte, speziell die instrumentelle Messung, zur Bewertung der Lagerstabilität der Produkte, die in unterschiedlichen Verpackungen und bei konstanten Temperaturen jedoch verschiedenen Luftfeuchtigkeiten gelagert werden, herangezogen. Die Lagerstabilität wird in einem Zeitraum bis zu sechs Monaten untersucht.

REM-Aufnahmen von verschiedenen Produkten und Produktqualitäten geben eine weitere Aufschlüsselung über die Auswirkung der individuellen Kristallstruktur und deren Auswirkung auf die Produkteigenschaften.

3 Stand des Wissens

3.1 Dragieren – eine Überzugstechnik der Lebensmittelindustrie und Pharmazie

3.1.1 Geschichte überzogener Darreichungsformen

Überzogene Darreichungsformen sind im allgemeinen Sprachgebrauch unter der Bezeichnung Dragees bekannt und sind sowohl in der Süßwarenindustrie als auch in der Pharmazie zu finden. Das Wort Dragee^[11] leitet sich vom griechischen ‚*tragemata*‘ (Naschwerk, Dessert) ab und bedeutet im Französischen: „die mit Zucker überzogene Mandel“. Die ältesten Publikationen über Dragees stammen aus dem 9. Jahrhundert aus dem griechisch-arabischen Kulturkreis. Zu dieser Zeit fand ein Nebenprodukt des Pilzes *Plantago psyllium* Verwendung zum Überziehen von medizinischen Pillen. Im mittelalterlichen Frankreich wurde die Kunst des Dragierens mit Honig, später mit Zucker weiterentwickelt. Der Anreiz für die Entwicklung der Arzneiformen war das Versüßen der bitteren Arzneimittel oder das Veredeln der Pillen durch Silber- oder Goldüberzüge. Das Überziehen mit Zucker als erstes modernes Verfahren wurde im 18. und 19. Jahrhundert in der Süßwarenindustrie verbreitet. Erst durch die Verbesserung der ökonomischen und ökologischen Bedingungen der Zuckerproduktion stand genügend Rohstoff zur Verfügung, was die Weiterentwicklung der technologischen Verarbeitung des Zuckers ermöglichte. *Sonnedecker und Griffenhagen*^[12] geben anschauliche Informationen über die Entwicklung des Dragierens vom späten 18. Jahrhundert bis Mitte des 20. Jahrhunderts. Erst im 19. Jahrhundert wurden die bis dahin verwendeten Kupferschalen durch bewegte Kupferkessel ersetzt. Bis in die 40er Jahre des 20. Jahrhunderts war die Technik des Dragierens in der Pharmazie und in der Lebensmittelindustrie gleich. Mitte der 50er Jahre setzte die Entwicklung automatischer Umhüllungsverfahren, mit der Bezeichnung ‚Coating – Filmcoating‘ (s. Kap. 3.1.4) in der Pharmazie ein. Seit den 70er Jahren wurde in der Süßwarenindustrie die Technologie hin zu halb- bzw. vollautomatischen Dragiergeräten modernisiert.

3.1.2 Kaugummikissen als Drageekerne

In der Süßwarenindustrie werden Tabletten, Einlagen von Konfekt, Karamelmassen, Schaum, Naturprodukte wie Nußkerne, Samen und Früchte sowie Kaugummikissen überzogen. Die Eignung eines Kerns^[11] zum Überziehen wird ganz wesentlich von den Eigenschaften Härte, Form, geometrische Oberfläche, Größe, Masse, Temperatur und der Wechselwirkung mit dem Überzugsmaterial beeinflusst. Die Oberflächenrauigkeit und –benetzbarkeit ist bei diesem Prozeß wie bei allen Beschichtungsprozessen von großer Bedeutung, wurde aber bisher wenig beschrieben.

3.1.2.1 Form und Beschaffenheit von Kaugummikernen

Die Form und Konsistenz des Kaugummikerns muß stabil sein, um Verformungen im Dragierprozeß zu vermeiden. Der kissenförmige Kaugummikern sollte nicht zu flach gepreßt sein und möglichst große Krümmungen^[13] haben, um kleine Kontaktflächen mit anderen Kernen und den Appa-

ratwänden zu besitzen. Diese Ausführung sorgt dafür, daß Inhomogenitätsstellen und Spannungsspitzen eliminiert werden. Auch unebene und fehlerhafte Formen und Oberflächen können dragiert werden. Die Oberfläche hat einen besonderen Einfluß auf den Aufbau der ersten Überzugsschichten. Bei kleinen und flachen Einlagen, die eine große relative Oberfläche bei geringer Masse haben, beeinflußt die Adhäsion der Teilchen das Dragierverfahren nachteilig. Sie neigen deshalb stark zu Verklebungen^[11]. Wichtig ist die Berücksichtigung der Temperaturempfindlichkeit von Kaugummikernen. Daher sollten Kaugummikerne bei maximal 40 °C dragiert werden. Ein weiterer Aspekt ist, daß Feuchtigkeit während des Überziehens in den Kern gelangen kann. Tritt diese Feuchtigkeit beim Lagern aus dem Kern in die Hülle, können Risse oder Sprünge sowie eine Erweichung der Drageedecke die Folge sein.

3.1.2.2 Bestandteile von Kaugummikernen

Der Kaugummi besteht aus drei wichtige Komponenten, deren Eigenschaften und Verhältnisse zu einander entscheidende Einflüsse auf den Charakter des Produktes haben^[14]. Erst durch die richtige Kombination in der Kaugummirohmasse können die Verarbeitungs- und Lagerbedingungen erfüllt und der gewünschte Grad an Weichheit, Kaubarkeit, Fadenziehen und Klebrigkeit gewährleistet werden. Im folgenden wird kurz auf die Inhaltsstoffe eingegangen und eine Beispielrezeptur eines zuckerfreien Kaugummis angegeben (Tab. 3-1).

- Die erste Komponente ist der feinst vermahlene Zucker oder Zuckeraustauschstoff, der den Hauptbestandteil (50-80 %) des Kaugummis darstellt. Die Korngröße der festen Phase ist von entscheidender Bedeutung für die Textur des fertigen Kaugummis; feingemahlenes Süßungsmittel (Korngröße von 50 bis $\approx 100 \mu\text{m}$) ergibt ein festes und geschmeidiges Produkt.
- Den zweiten Hauptbestandteil bildet die unlösliche Komponente, die Kaugummigrundmasse, auch Gum Base genannt. Sie bestimmt die Kaeigenschaften des Kaugummis.
- Die flüssige Phase, die neben der Wirkung als Süßungsmittel vor allem zur Steuerung des Feuchtigkeitsgehaltes des Endproduktes dient, vervollständigt die Rezeptur.

Tab. 3-1: Richtlinie einer Rezeptur für zuckerfreie Kaugummis^[15]

Inhaltstoff	Anteil [%]
Sorbitpuder	58,5
Kaugummigrundmasse (Gum Base)	25,0
70 %ige Sorbitlösung	12,0
Glycerin	3,0
Aroma	1,5

Müller^[15] stellt ausführlich die historische Entwicklung des Kaugummis dar. In den Anfängen der Kaugummiherstellung fand der getrocknete Milchsaft des in Mittelamerika wachsenden Sapotillbaumes, genannt Chiclegummi, Verwendung als Kaugummigrundmasse. Die Expansion der Kaugummi-Industrie in Amerika im 19. Jahrhundert führte zu einem Lieferengpaß natürlicher Gummis. Dies veranlaßte die Entwicklung synthetischer Gum Basen. Die Basiskomponenten der Kaugummirohmasse sind vorwiegend Elastomere (Gummi), Polyvinylacetat (PVAC), Weichmacher (u.a. Glycerin) und Füllmaterial (Karbonate). Die Anforderung an die Inhaltsstoffe besteht in der Beständigkeit ihrer plastischen Eigenschaft bei Körpertemperatur. Da die Zusammensetzung der Gum

Base der entscheidende Faktor für die Plastizität der Kaugummis ist, wird die Rezeptur von den Herstellern besonders geheim gehalten.

Weichmacher sind Paraffine und mikrokristalline Wachse. Sie und Glycerin beeinflussen in der Rezeptur die Sprödigkeit und das Fadenziehen des Kaugummis.

Das Füllmaterial kann aus Calcium- bzw. Magnesiumcarbonat, Aluminiumoxid oder Talkum bestehen. Es existieren viele Informationen bezüglich Hersteller, Verfahren und allgemein gehaltener Rezepturen von Gum Basen^[14, 15, 16, 17, 18]. Die vielfältigen Varianten von Kaugummirohmassen werden überprüft und identifiziert durch den Einsatz der thermogravimetrischen Analyse (TG) gekoppelt mit der Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie (FTIR)^[19].

Der Einfluß der flüssigen Phase auf die Lagerstabilität von Kaugummidragees ist durch deren Wasseraktivität geprägt^[20]. Ein Feuchtigkeitsüberschuß macht den Kaugummi zu weich und die Decke fleckig und kann zu Problemen bei der Verpackung führen. Je näher die Wasseraktivität des Kerns der relativen Gleichgewichtsfeuchte bei gegebener Temperatur der Lagerungsbedingungen angepaßt werden kann, desto länger ist der Kaugummi lagerungsfähig. Eine Maßnahme, um die Feuchtigkeitsdiffusion zu verhindern und das Produkt weich zu erhalten, ist der Einsatz von bis zu 6 % Glycerin.

Heutzutage werden den Gum Basen auch funktionelle Zusätze, wie ‚baking soda‘, Peroxide oder Wirkstoffe hinzugefügt. Durch diese Ergänzungen findet der Kaugummi, hauptsächlich in Form eines Dragees, eine weite Verwendung in der Kosmetik und Medizin.

3.1.2.3 Herstellung von Kaugummis

Es existiert eine Vielzahl von Herstellungsverfahren für Kaugummiartikel wie Streifen, Hohlkugeln und Kissen. Der Zusammenhang zwischen gewählten Kaubasenrezepturen, resultierenden Produktqualitäten und Verfahrensschritten wurde oft beschrieben^[15, 16, 21].

Die Grundzüge der Kaugummiherstellung sind in folgende Schritte aufzuteilen:

- Vermischen der abgewogenen Komponenten,
- Verkneten bis zur homogenen Masse,
- Reifen,
- Extrudieren/Formen,
- Schneiden,
- Kühlen,
- Verpacken oder Dragieren.

Die Gum Base muß zuerst auf die gewünschte Arbeitstemperatur (40 °C^[14] oder auch 55 °C^[15]) zum Erweichen erwärmt werden. In einem vorgeheizten Kneten werden die Kaumasse und z.B. der erwärmte Glucosesirup bis zu 2 min lang vermischt. Anschließend wird innerhalb von 15 min der Puderzucker in drei gleich großen Mengenteilen zugegeben. Mit der letzten Saccharosezugabe

werden die anderen Zutaten wie Glycerin, Aroma u.a. zugegeben und die Masse nochmals 4 min geknetet. Die gesamte Mischzeit beträgt maximal 25 min bei einer Temperatur von 45-50 °C. Eine Temperatur über 55 °C beeinträchtigt die Qualität und macht die Kaumasse brüchig. Anschließend muß die Masse reifen, um einen für die Lagerung bestimmten Feuchtigkeitsgehalt zu erreichen. In einem Extruder wird die gereifte Kaugummimasse zu definierten Strängen oder über Walzen geformt. Anschließend werden die mit Puderzucker bestäubten Massebänder oder Matrizen in Form geschnitten bzw. gebrochen. Nach der Kühlung im Kühltunnel kann entweder eine Abpackung der Produkte oder die Weiterverarbeitung angeschlossen werden.

3.1.2.4 Unterschiede zwischen zuckerhaltigen und zuckerfreien Kaugummirohmassen

Seit den 70er Jahren des letzten Jahrhunderts ist der Anteil an zuckerfreien Kaugummis stark gestiegen. Die Herstellung von zuckerfreien Kaugummis weicht prinzipiell von der zuckerhaltiger Kaugummis ab. Die Hauptkomponente Zucker wurde anfangs durch den Zuckeralkohol Sorbit, später durch Xylit und Mannit^[15] seit ca. 1987 auch durch Isomalt^[22, 23] ersetzt. Der flüssige Anteil besteht meistens aus 70 %igem nicht kristallisierenden Sorbitsirup. Sowohl der Anteil der Gum Base, als auch der der Aromen und Weichmacher (Glycerin) ist höher als im zuckerhaltigen Kaugummi. Die Kaubase hat einen Anteil von ca. 25 % bis 30 %, im Gegensatz zu ursprünglich 18-20 % im herkömmlichen Kern. Zusätzlich müssen andere Kaubasenqualitäten verwendet werden.

Zuckerfreie Kaugummis sind lagerungsempfindlicher als Zuckerkaugummis. Sie neigen stärker zur Austrocknung^[17]. Dies ist auf den flüssigen Bestandteil, den Sorbitsirup, zurückzuführen. Die Ursache liegt in der geringeren Gleichgewichtsfeuchte des Sorbitsirups im Vergleich zum Glucose-sirup. Doch die gezielte Verwendung von Glycerin führt zur Verbesserung der Lagerstabilität^[24]. Untersuchungen^[25, 26] zeigen, daß der Einsatz von Maltitsirup anstelle des Sorbitsirups zu weiche- ren und lagerungsstabileren Produkten führt.

3.1.3 Die verfahrenstechnischen Aspekte der Kaugummidragierung

Bei Süßwarenprodukten steht die Veredelung der Einlage als Genußmittel im Vordergrund. Der Kern wird durch die Hülle mechanisch verstärkt und vor Licht und Sauerstoff geschützt. Die Hülle hat üblicherweise einen Anteil von 30 % ± 5 Massenanteile am Endprodukt. Geschmacksstoffe sollen auch die Hüllen angenehm und erfrischend machen. Beim Zerbeißen der Decke soll dem Konsumenten ein hartes, knuspriges und knackiges Bißerlebnis gewährleistet werden.

Das Dragieren ist ein komplexes und zeitaufwendiges Verfahren, das Fachkenntnisse und Geduld erfordert. Die Frage nach den physikalischen Vorgängen beim Dragieren ist von technischer und wirtschaftlicher Bedeutung. Doch ist es schwierig, die Empirie durch objektive technologische Kenntnisse zu ersetzen. Der Grund dürfte zum Teil darauf beruhen, daß es experimentell problematisch ist, bei komplexen verfahrenstechnischen Gegebenheiten einfache Gesetzmäßigkeiten abzuleiten. Die Komplexität des Dragierprozesses setzt sich aus den drei Schwerpunkten Kern, Dra-

giermedium und Prozeßparameter zusammen (Abb. 3-1), wobei jeder für sich in seiner Variationsvielfalt einen großen Einfluß auf die Produktqualität hat, wie z.B.:

- Form der Einlagen,
- Benetzbarkeit der Kerne,
- Konzentration und Zusammensetzung des Dragiermediums,
- Verteilung des Dragiermediums/Sprühstrahl,
- Pulverzugabe,
- Menge der Einlagen/Füllgrad der Trommel,
- Bewegung der Kerne im Coater/Drehzahl,
- Zeitpunkt der Aufgabe (Trocknungsgrad der letzten Decke),
- Menge der Aufgabenflüssigkeit in verschiedenen Stadien des Prozesses,
- Adhäsion der Kerne untereinander und an der Trommelwandung,
- Trocknung/Kristallisation der einzelnen Decken,
- Trocknungsluftmenge,
- Temperatur und Luftfeuchtigkeit der Trocknungsluft,
- Luftführung (Gleich- bzw. Gegenstrom),
- Abrieb der Drageedecke,
- Versiegelung der Dragees (Wachsen),
- Sprödigkeit/Elastizität der Drageedecke,
- Wasser-/Glycerin-/Aromamigration aus dem Kern in die Decke,
- (gewünschte) Dauer des Dragierprozesses.

Zum Erzielen eines qualitativ hochwertigen Produktes müssen in den drei Bereichen Beschaffenheit des Kernrohlings, Formulierung des Dragiermediums und Prozeßparameter optimierte Bedingungen herrschen, d.h. es gibt nicht ein einziges Verfahren, mit dem alle Kerne mit allen Dragiermedien und den entsprechenden Vorgaben (z.B. schnellste Dragierung) in optimale Produkte umgewandelt werden kann. Abb. 3-1 faßt knapp die Kriterien zusammen, auf die in den weiteren Kapiteln detailliert eingegangen wird.

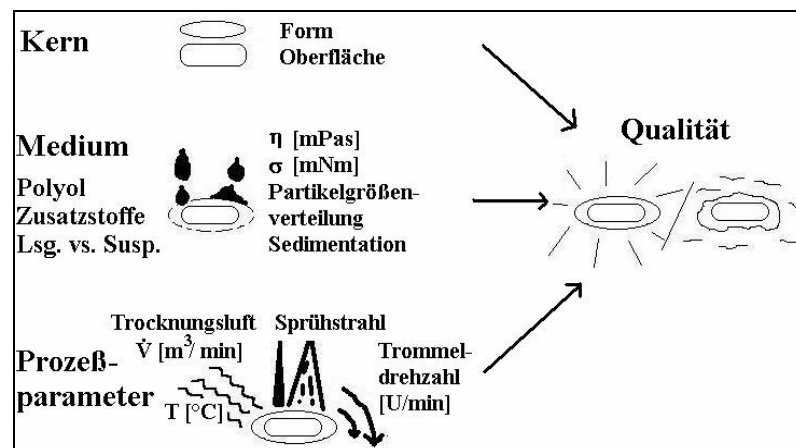


Abb. 3-1: Darstellung der Einflüsse auf die Produktqualität beim Dragieren

Trotz des technischen Fortschritts vom Handdragieren zum quasi-kontinuierlichen Prozeß ist es eine Tatsache, daß die Produktqualität vom Können des Dragiermeisters^[27, 28, 29, 30, 31, 32, 33] abhängig ist.

3.1.3.1 Dragierverfahren

In der Süßwarenindustrie werden die Dragierverfahren in Hart-, Weich-, Schokoladen-Dragierungen und Filmcoating^[33, 34, 35] eingeteilt. Mit Zucker und Zuckeralkoholen werden hauptsächlich die zwei traditionellen Verfahren **Hart-** und **Weichdragieren** angewandt. Aus der Zuckerdrageeherstellung ist nur die Verwendung von **Lösungen** bekannt, wobei seit ca. 1994 auch **Suspensionen**^[36] mit Kristallkeimen zum Einsatz kommen, was eine Kombination beider Verfahren darstellt.

Bei der **Hartdragierung**^[16, 28, 29, 32, 33, 37] findet ein echter Kristallisationsprozeß der aufgetragenen **Lösung** statt, d.h. die gesättigte bzw. leicht übersättigte Lösung wird durch das Einblasen von kalter oder warmer Luft (abhängig vom Einlagentyp) übersättigt und kristallisiert aus. Die Überlagerung von 80-120 dünnen Schichten auf dem Kern führt zu einer harten Decke. Die Konzentration der Dragierlösung liegt, je nach Zucker/Zuckeralkohol, zwischen 65 und 80 %, wobei die Lagertemperatur der Dragierlösung über der Sättigungstemperatur gehalten werden muß, damit keine Kristallkeimbildung in der Lösung stattfindet. Der Restwassergehalt der Decke beträgt 1-5 %. Bei der **Weichdragierung**^[28, 33, 37] wird das Dragiermedium im Überschuß zugegeben und dann mehrmals mit Pulver abgestreut, wodurch das Pulver in die Decke eingebunden und die Schicht während weiterer Bewegung in der Trommel durch Umgebungsluft getrocknet wird. Die Anzahl der Schichten beträgt 3 bis 10. Der Restwassergehalt von Weichdragees beträgt in der Regel 7 bis 10 %. Eine **Kombination**^[8] aus beiden Verfahren liegt vor, wenn mit einem Medium nach dem Hartdragierverfahren gearbeitet wird, aber mit Streupuder^[38] - ‚drying charge‘ - zur Aufnahme der Feuchtigkeit abgestreut wird. Mit dieser Methode kann die Dragierdauer des Hartdragierverfahrens zwar reduziert werden, aber die Qualität des Endproduktes entspricht nicht der eines nach dem herkömmlichen Hartdragierverfahren hergestellten Produktes^[38]. In Tab. 3-2 wird eine kurze Übersicht der Unterschiede beider Traditionsverfahren gezeigt.

Tab. 3-2: Unterschiede zwischen Hart- und Weichdragierung von zuckerfreien Kaugummis

	Hartdragierung	Weichdragierung
Textur der Drageedecke	hart	weich
Restwassergehalt d. Decke [%]	1 bis 5	7 bis 10
Oberflächenstruktur	glatt, Form der Einlage	rau, Form nicht definierbar
Anzahl der Decken	80 bis 120	3 bis 10
Trommelgröße	groß	klein
Prozeßgeschwindigkeit	langsam	schnell
Besonderheit der Methode	Sirup kristallisiert durch Zuführung von Luft	Zugabe von Streupuder zur Aufnahme der Feuchtigkeit

Durch Einsatz von **Suspensionen** mit Kristallkeimen als disperse Phase kann die Klebeneigung während des Prozesses verringert und die Dragierzeit verkürzt werden. Die Vorteile dieses Ver-

fahrens liegen außerdem in der schnelleren Kristallisation des gelösten Stoffs und der einfacheren, problemfreien Verarbeitung von hygroskopischen und empfindlichen Einlagen. Dieses Verfahren wird bisher nur mit dem Zuckeraustauschstoff Isomalt durchgeführt.

3.1.3.2 Der Prozeßablauf

Wie bereits in Kap. 3.1.1 erwähnt, ist der Ursprung des Dragierens auf die Zuckerdragierung^[10, 27, 37, 39] zurückzuführen. Die Grundzüge der Hartdragierung bestehen aus folgenden 4 Schritten:

- Vordragieren: Schutzschicht gegen Feuchte aus dem Überzugsmedium, Haftschrift für weitere Schichten entsteht,
- Aufdragieren/Glätten: Aufbau der Hülle, Formgebung,
- Färben,
- Polieren zum Glanz des Dragees.

Das **Vordragieren** hat in der Kaugummi-Industrie keine Bedeutung, da es sehr zeitintensiv und kostenaufwendig ist. Die dünne Versiegelungsschicht wird meistens aus einer 50 %igen Hydrokolloidlösung (Gummi arabicum-Lösung) aufgebracht. Die Schutzfunktion vor dem Eindringen der Feuchtigkeit zu Beginn der Dragierung in den Kern sollte allerdings bedacht werden, sobald empfindliche Zusätze im Kern enthalten sind. Ein weiterer Vorteil ist die sehr gleichmäßige und einfache Benetzung während der ersten Aufträge auf den Kern, wodurch der Prozeßanfang mit weniger Schwierigkeiten bewältigt werden kann.

Den größten Zeitaufwand beim Dragieren erfordern der **Deckenaufbau** und das für das Aussehen qualitätsentscheidende **Glätten**. In diesem Stadium werden verschiedene Phasen mit unterschiedlicher Zielsetzung nacheinander durchlaufen. Die einzelnen Phasen bestehen aus Zyklen, die wiederum aus je drei Verfahrensschritten bestehen:

- Dosierung der Dragierflüssigkeit,
- Verteilung des Dragiermediums auf den Einlagen,
- Trocknung/Kristallisation des Dragiermediums auf den Einlagen.

Das Verhältnis der drei Verfahrensschritte zu einander in bezug auf die Dauer und die Anzahl der Zyklen geben den Charakter der Phase wieder, wie z.B. Anfangs-, Masseaufbau- oder Glättephase. Das **Färben** und der **Abschluß** können als Spezialphasen bezeichnet werden. Die Erklärungen der Phasen sind in Tab. 3-3 zu finden.

Diese Einteilung ist natürlich nicht verbindlich, je nach verwendetem Zuckeraustauschstoff muß ein individueller Dragierablauf ermittelt werden. Das Polieren wirkt nicht nur als optische Vervollendung durch den Glanz und durch die verstärkte Glättung, sondern bewirkt zu dem den Schutz der Drageedecke vor äußeren Einflüssen. Dafür wird meistens pulverförmiges Carnaubawachs verwendet, wobei der endgültige und intensivere Schutz mit Schellack-Dispersionen erzielt wird. Empfehlungen über die optimale Wahl des Poliermittels und deren Anwendung sind dokumentiert^[40, 41]. Das Polieren ist ein wichtiger und schwieriger Schritt bei der Drageeherstellung. Es müs-

sen allerdings die lebensmittelrechtlichen Bestimmungen und die Verträglichkeit^[42] berücksichtigt werden.

Tab. 3-3: Gegenüberstellung der Besonderheiten von Dragierphasen

Phase	Ablauf	Besonderheit
Anfang	vorsichtiger Deckenaufbau: wenig Auftrag, kurze Verteilung, lange Trocknung	starke Klebeneigung – mit Pulver abstreuen
Masseaufbau	Steigerung der Auftragsmenge, entsprechende Änderung der Verteilung und Trocknung	Beachten: ausreichende Trocknung, gleichmäßiges Schließen der Oberfläche
Glätten	Reduzierung des Auftrages, Verlängerung der Verteilung, keine Trocknung	Entstehen von kleinen Kristallen, glatte Oberfläche
Färben/Aroma	Reduzierung des Auftrages, Verlängerung der Verteilung und Trocknung	flexibel durchführbare Zwischenphasen, Farbstoffzugabe im Medium
Abschluß	geringer Auftrag, lange Verteilung, wenig Luft	endgültiges Glätten

3.1.3.3 Dosierung der Dragierflüssigkeit

Eine sichere Dosierung wird einerseits durch die richtige Menge an Sirup, andererseits durch die Art der Zugabe garantiert. Bei der Handdragierung wird mit einer Kelle der Sirup zugeführt. Die modernen halb- und vollautomatischen Geräte verfügen über Sprühsysteme. Je nach Art des Dragierverfahrens und der Kerne muß zwischen Ein- und Zwei-Stoff-Düse^[43] gewählt werden. Die Menge der einzelnen Aufträge auf die Einlagen in der bewegten Dragiertrommel ist so zu wählen, daß bei jeder Zugabe alle rotierenden Kerne gleichmäßig benetzt werden. Es ist darauf zu achten, daß die Auftragsmenge nicht zu groß ist, um eine irreversible Adhäsion der Dragees untereinander und an den Trommelwänden zu vermeiden. Es gibt polyolspezifische Unterschiede hinsichtlich der Klebeneigung, denn im Gegensatz zu allen anderen Polyolen zerfallen die Konglomerate bei der Verwendung von Xylit nach der Trocknung vollständig. Die erforderliche Sirupmenge für einen Auftrag kann berechnet^[27] werden. Die Voraussetzung dafür ist, daß die Drageeoberfläche und die Trommelinnenwand mit einem homogenen Sirupfilm bedeckt sind und die Oberfläche des Kerns und der Trommel ermittelt werden können.

Durch die Kenntnis der Dicke einer einzigen Drageedecke von 10 bis 14 µm ist die Partikelgröße von Feststoffen im Sirup wie z.B. Pigmenten, Zuckeraustauschstoffen begrenzt, da sonst die Drageedecke nicht vollständig glatt wird und folglich nicht poliert werden kann^[27].

3.1.3.4 Dynamische Prozesse beim Dragiervorgang

Während der Bewegungsabläufe in der Dragiertrommel finden folgende Prozesse statt:

- gleichmäßige Verteilung des Sirups auf den bewegten Einlagen,
- starke Neigung zur Aggregation während des Verteilens und Trocknens,
- Kristallisation in mikrokristalliner Form unter gleichzeitiger Bildung einer homogenen Drageeoberfläche.

Der Bewegungsablauf wird durch die Füllmenge, die Trommelgeschwindigkeit, die Oberflächenbeschaffenheit der Kerne (Form und Feuchtigkeit) und die physikalischen Eigenschaften des Sirups (Viskosität, Grenzflächenspannung, Feststoffgehalt) beeinflusst. Durch die sich gegenseitig in ver-

schiedener Weise beeinflussenden Faktoren ergeben sich viele Variationen des Bewegungsablaufs eines Dragees. Diese Faktoren spielen sowohl in der herkömmlichen als auch bei modernen Dragierkesseln/-trommeln existierenden ‚tote Zone‘ eine große Rolle (Abb. 3-2).

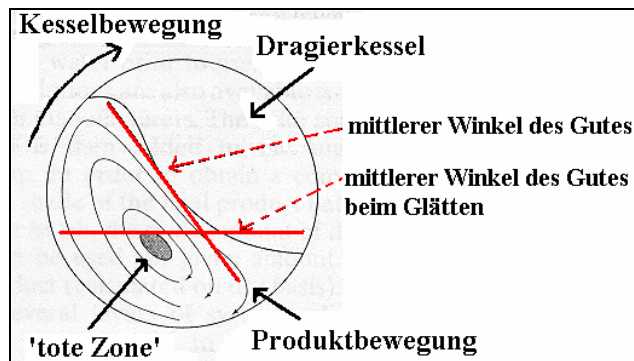


Abb. 3-2: Schematische Darstellung der Rollvorgänge im Dragierkessel^[32]

Am wichtigsten ist eine optimale Relativgeschwindigkeit zwischen dem frei rollenden Dragee und der rotierenden Trommel. Die Trommelgeschwindigkeit muß so ausgerichtet sein, daß die Dragees eine Eigenbewegung ausführen, um eine gleichmäßige Umhüllung und geringe Verklebungen zu gewährleisten. Der Ort und die Menge der Sirupzugabe und die Neigung des herkömmlichen Kessels spielen ebenfalls eine große Rolle.

Das Drageebett zeigt je nach Zustand der befeuchteten Dragees einen typischen mittleren Winkel (Abb. 3-2). Direkt nach dem Auftrag besitzt das Gutbett einen sehr großen Winkel. Das Gut wird durch die Trommelbewegung sehr weit nach oben mitgenommen. Während der Verteilungs- und Trocknungsphase wird der Winkel aufgrund geringerer Adhäsion zwischen den Kernen und zwischen Kern und Wand immer kleiner. Beim Glätten existiert eine sehr geringe Adhäsion, wodurch das Gutbett sehr flach (waagrecht) ist. Dieses Verhalten ist vom Feuchtegehalt der Decke abhängig und wird durch phasenspezifische Geräusche begleitet, d.h. je feuchter die Decke ist, desto ungleichmäßiger und dumpfer ist das Geräusch der sich bewegenden Kerne. Die geglätteten Dragees erzeugen einen hellen gleichmäßigen Klang.

3.1.3.5 Der Prozeßabschnitt Trocknung/Kristallisation

Zur Ausbildung der 10 bis 14 µm dicken, festen einzelnen Drageeschichten^[27] ist es erforderlich, die mit der Dragierlösung zusammen eingebrachte Wassermenge verdunsten zu lassen und mit der Abluft aus dem Dragierkessel zu entfernen. Das Trocknen ist nicht allein für die Ausbildung der harten Decke verantwortlich, sondern während des Trocknens findet eine Kombination zwischen Verdampfungs- und Kühlungskristallisation statt.

Der Trocknungsverlauf hängt davon ab, wie die Feuchtigkeit an den Feststoff, d.h. das aufbrachte Dragiermedium auf den Kernoberflächen, gebunden ist. Im günstigsten Fall haftet die Feuchtigkeit in dünnen Filmen an der Oberfläche. Bei der Drageetrocknung werden die Verhältnisse dadurch komplexer, daß das Wasser als Lösungsmittel für den Hauptbestandteil Zucker oder Zuckeraus-

tauschstoff dient und damit nicht den Verdunstungs-Gesetzen reinen Wassers gehorcht. Das Dragiermedium liegt in viskoser Form vor, aus dem der Zucker oder Zuckeraustauschstoff beim Verdunsten des Wassers nach Erreichen der Sättigungskonzentration auszukristallisieren beginnt^[44]. Der Sättigungspunkt hängt von der Siruptemperatur und vom Stoffsystem ab.

In Form von Trocknungskurven – stationäre Verhältnisse vorausgesetzt – wird die Trocknungsgeschwindigkeit dargestellt. In einer idealisierten Trocknungskurve (Abb. 3-3) zeigt Abschnitt AB die verdunstete Feuchte beim Vorwärmen auf Arbeitstemperatur. Im *ersten Trocknungsabschnitt* (BC) nimmt die Feuchte bei konstanter Trocknungsgeschwindigkeit linear ab. Hier wird Flüssigkeit an der Oberfläche verdunstet.

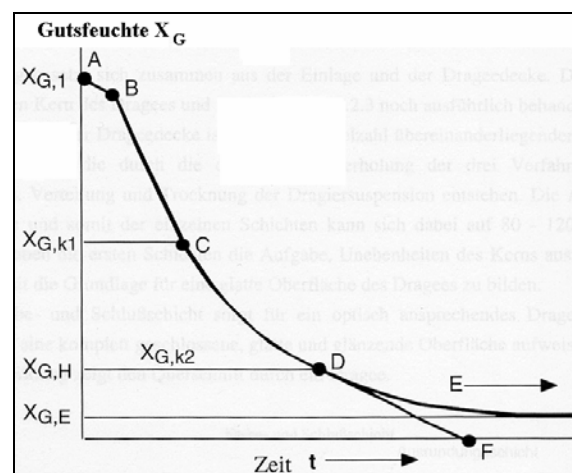


Abb. 3-3: Die drei Trocknungsabschnitte^[45]

Im *zweiten Abschnitt* (CD) nimmt die Geschwindigkeit ab. Da die Oberfläche des Gutes bereits ausgetrocknet ist, muß die Feuchtigkeit aus dem Innern des Gutes transportiert werden. Die Wärmeleitung in dieser äußeren Schicht bestimmt jetzt die Trocknungsgeschwindigkeit. Es handelt sich dabei um eine instationäre Wärmeleitung in das Gut. Bei Schrumpfung der Kapillaren im porösen Material ist der Dampftransport aus dem Gut ebenfalls instationär. Bei nicht hygroskopischen Gütern endet der Trocknungsvorgang bereits nach dem zweiten Trocknungsabschnitt mit völliger Austrocknung (DF). Wird ein hygroskopisches Gut getrocknet, schließt sich ein dritter Abschnitt (DE) an. Er beginnt, wenn an allen Stellen des zu trocknenden Gutes der größtmögliche hygroskopische Feuchtegehalt erreicht ist.

Der Trocknungsvorgang beim Dragieren entspricht nur annähernd den idealen Gegebenheiten, in erster Linie bedingt durch die Eigenschaften des Dragiermediums und des Trocknungsverfahrens^[44] und nicht zuletzt durch die Wasseraufnahme des Kerns. Beim Dragieren wird die Übersättigung des Mediums nicht nur durch die Verdunstung des Lösungsmittels erreicht, sondern auch durch die Abkühlung des Mediums während des Aufsprühens. Das Vorhandensein von Kristallkeimen forciert das Auskristallisieren der übersättigten Phase in der Suspension. Im übersättigten Zustand bilden sich kleinste Kristallkeime in der flüssigen Phase. Wenn diese Kristalle durch den Entzug des

Wassers zusammenwachsen, bilden sie eine harte und knusprige Schicht. *Hartel*^[46] fand heraus, daß Zuckerkristalle in dichten Drageeschichten kleiner als 5 µm sind. Die Härte und Knackigkeit der Drageedecken ist abhängig von der Größe der Einzelfragmente der Kristallschicht. Die Größe der Kristalle wird durch die Ausgangssituation des übersättigten Mediums und der Geschwindigkeit der Einzelkristallbildung, das Wachstum von vorhandenen Kristallen und Kristallkeimen bestimmt. Aus der Saccharosekristallisation ist bekannt, daß beim Vorhandensein von „Impfkristallen“ eher das Wachstum dieser Kristalle stattfinden wird, als daß eine Sekundärkeimbildung stattfindet^[47].

Dragiermedien werden in zwei Kategorien eingeteilt, in den Lösungs- und Suspensionsmedien. Das Medium der Lösungsdragierung, nämlich die Lösung, besteht aus gelösten Bestandteilen (Polyol), hydrokolloidal gelösten Bestandteilen (z.B. Gummi arabicum) und den feinen Pigmenten (Titan-dioxid). Die Suspensionsdragierung findet mit einem Medium statt, das neben den erwähnten Bestandteilen noch einen Anteil an ungelöstem Polyol hat. Bei Suspensionsdragierungen ist zu erwarten, daß die bereits vorhandenen Kristalle schneller weiter wachsen und sich im Laufe des Kristallisationsprozesses ein mehr oder weniger lockeres, geschlossenes Kristallgefüge ausbildet. Ist die Kristallisation zu rasch, kann keine gleichmäßige Verteilung des Mediums gewährleistet sein, wodurch sich eine sehr unebene Oberfläche bildet.

3.1.3.6 Potentielle Komplikationen

Beim Dragieren sind eine Vielzahl von Bedingungen und Abhängigkeiten zu beachten. Viele Praktiker haben zusammenfassend über Dragierprobleme^[11, 27, 28, 40] berichtet. Tab. 3-4 gibt in kurzen Stichworten die entscheidenden Punkte wieder, die durch verfahrenstechnische und stoffspezifische Eigenschaften entstehen.

Tab. 3-4: Häufige verfahrenstechnische und stoffspezifische Schwierigkeiten beim Dragieren

Erscheinungsbild	Ursache
Prozeßstörungen	- Verstopfung der Düsen, - Sedimentation in den Leitungen;
rauhe Oberfläche des Dragees	- Trocknungsgeschwindigkeit zu hoch, - Sirup zu viskos oder zu konzentriert (Verteilung unzureichend), - Sirupzugabe zu gering, - Einarbeitung von Staub (Abrieb), - Kernoberfläche uneben;
Zusammenkleben der Dragees	- Sirupviskosität zu hoch, - vorherige Schicht unzureichend getrocknet, - Auftragsmenge zu hoch dosiert;
Bildung von „Zwillingen“ und Agglomeraten	- Sirupmenge zu groß, - Sirup zu viskos, - Trommelgeschwindigkeit zu gering;
nicht geschlossene Ecken	- zu wenig Bindemittel (Gummi arabicum), - Sirupkonzentration zu gering;
fleckige Oberfläche	- Feuchtigkeit in die Decke gewandert.
gesprungene Decken	- zu weiche Kerne, die sich bei Bewegung verbiegen, - Dragierzeit zu lang;

Erscheinungsbild	Ursache
Abplatzen der Kanten	<ul style="list-style-type: none"> - Trommelgeschwindigkeit zu hoch, - Trockenlaufen der Dragees, - Bindung zwischen erster Decke und Kern zu gering, - Füllvolumen zu groß, - Charakteristikum einzelner Polyole;
Abfallen der Decke	<ul style="list-style-type: none"> - Erweichen der Decke durch Wasserdiffusion aus dem Kern (Einstellen der Wasseraktivität des Kerns), - falsche Behandlung des Produkts (Weiterverarbeitung mit absoluter Vorsicht);

3.1.3.7 Die technische Entwicklung des Dragierens zu einem automatisierten Prozeß

Wie bereits erwähnt, war bis in die 40er Jahre der technische Entwicklungsstand in der Süßwaren- und Pharmaindustrie gleich. Dann wurde in der pharmazeutischen Industrie das Filmüberzugsverfahren eingeführt und entsprechend modifizierte Apparate wurden benötigt.

Der traditionelle Dragierkessel ist ein motorgetriebener, rotierender, zwiebelförmiger Kessel mit einer vorderseitigen Öffnung (Abb. 3-4). Zwei bewegliche Rohre, eines für erwärmte Zuluft, das andere für Abluft, können in die Öffnung eingebracht werden. Dragierlösungen und -suspensionen werden z.B. mit einer Schöpfkelle aufgetragen.

Im Laufe der letzten zwanzig Jahre sind viele Verfahren für das konventionelle Zuckerdragieren^[48, 49] veröffentlicht worden. Spezielle Verfahren, z.B. Dragieren mit dem Tauchrohr^[50], mit dem Tauchschwert^[51], der *Accela Cota*^[52], dem *Driacoater*^[53], dem *HiCoater*^[54], und dem *Glatt-Coater* sind seit langem bekannt.

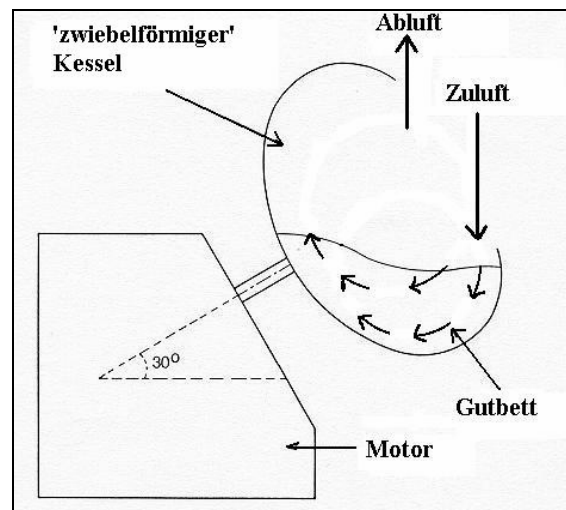


Abb. 3-4: Einfacher, offener Dragierkessel^[37]

Für die Hartdragierung liegt das größte Verbesserungspotential in der Modifizierung der Trocknungskapazität, z.B. durch Erhöhung der Prozeßluftmenge oder durch Änderungen der Prozeßluftführung. So konnte eine Prozeßverkürzung von mehr als 2 Tagen auf 9 bis 12 Stunden mit Auftragsmengen von 50 bis 100 % vorgenommen werden, wenn das Dragieren mit konventioneller

Dragiersuspension mit dem Tauchschwert^[51, 53] oder in der *Accela Cota* durchgeführt wird. Das Tauchschwert wurde als Ergänzung zum konventionellen Dragierkessel konzipiert.

Beim Tauchrohrverfahren werden Kerne kontinuierlich mit dem Dragiermedium besprüht und gleichzeitig getrocknet^[50, 55, 56, 57]. Die Verteilzeit fällt weg und verkürzt die Prozeßzeit bis auf ca. 4 Stunden, wobei diese Prozeßzeit mit der angestrebten Dicke der Hülle korreliert. Je dicker die Gesamthülle sein soll, desto länger dauert der Prozeß.

Der Trend geht zu geschlossenen Systemen (Abb. 3-5), die sich nicht mehr in die Produktionsräume öffnen lassen, wodurch das Trocknen weniger durch äußere Bedingungen wie Jahreszeit und Wetter beeinflusst wird. Trotz der vielen Verbesserungen ist die Batch-Produktion erhalten geblieben. Die Fa. DRIAM^[58] hat das Driamat-Dragierverfahren eingeführt. Bei diesem Verfahren kann unabhängig von einer vorgegebenen Trocknungszeit gearbeitet werden, weil der Dragierablauf indirekt vom Feuchtigkeitsgehalt der aufgetragenen Dragiermediumsschichten gesteuert wird. Der Feuchtigkeitsgehalt der einzelnen aufgetragenen Zuckerschichten wird elektronisch ermittelt und steuert den Trocknungsvorgang^[59].

Heutzutage scheint sich die technologische Weiterentwicklung bevorzugt auf die peripheren Geräte zu beschränken, wie z.B. den automatisierten Befüllungsprozeß durch die Coater-Rückwand^[60] oder die Konditionierung der Trocknungsluft zu einem definierten Zustand^[61]. Auch die Chargengröße hat sich von 10 kg auf ein Endgewicht bis zu 300 kg erhöht. Bei Endlos-Gliederbandsystemen können bis zu 2000 kg Produkt erzeugt werden.

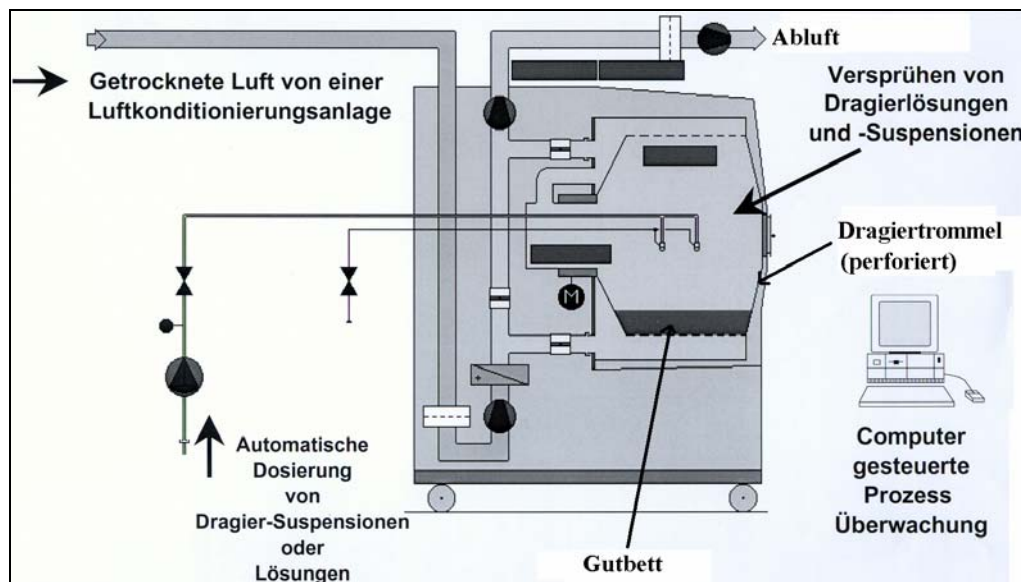


Abb. 3-5: Schematische Darstellung eines modernen halbautomatischen DRIACOATERS

Zusätzlich wurde die Auftragstechnik durch moderne Sprühsysteme^[62] verbessert. Die traditionellen zwiebförmigen Kessel sind heutzutage noch weit verbreitet, wobei die Peripherie so weit modernisiert wurde, daß sie zu automatischen, fast kontinuierlich betriebenen Anlagen entwickelt wurden. Die neuen, modernen Anlagen sind geschlossene Geräte mit einer konusförmigen Trom-

mel. Diese ist perforiert, wodurch die Trocknungsluft direkt durch das Gutbett strömen kann. Durch die Gegenstrom-Luftführung kann ein wesentlich höherer Wirkungsgrad beim Trocknen erreicht werden. Im Bereich der Zuckerdragierung finden Coater der Fa. DRIAM aufgrund ihres vollautomatischen Betriebs am häufigsten Verwendung^[60, 63, 64].

3.1.4 Einsatz von Zusatzstoffen beim Dragieren/Coaten

Zusatzstoffe werden in Lebensmitteln aus diätetischen Gründen eingesetzt. Zur Stabilisierung der Haltbarkeit und Konsistenz sowie zur Verbesserung der sensorischen Merkmale finden Bindemittel Verwendung, als technologisches Hilfsmittel werden Tenside eingesetzt. Die Definition ist im § 2 des Lebensmittel- und Bedarfsgegenstandsgesetz (LMBG) zu finden. Dieses enthält unter § 11 auch das Zusatzstoffverbot und seine Ausnahmen^[65].

Es gibt nur wenige Publikationen, in denen die Verwendung von Zusatzstoffen beim Hartdragieren erwähnt werden. Im Gegensatz dazu hat in der Pharmazie der Einsatz von Verdickungsmitteln und anderen Hilfsstoffen zur Entwicklung der Filmdragierung, Coating genannt, geführt. Dieses Verfahren dient zum Überziehen von Arzneimitteln mit sehr dünnen, plastischen Schichten aus Polymeren oder Harzen. Das Filmcoating^[34, 35] ist eine schnellere und effizientere Methode als das „Zuckerdragieren“. Es wird hauptsächlich in der Pharmazie verwendet, weil die Decken der pharmazeutischen Dragees funktionelle Überzüge sind, die sehr dünn aufgetragen und z.B. magensäure-resistent sein müssen. Diese Fähigkeiten bekommen diese Überzüge durch spezielle Zusätze, die nur mittels des Filmcoating aufgebracht werden können. Die Produkte sind stabiler gegenüber mechanischen Beanspruchungen. Außerdem ist der Prozeß besser zu steuern. In anderen lebensmittelverarbeitenden Bereichen (z.B. Snack) findet das Filmdragieren ebenfalls Verwendung. Es existiert eine Vielfalt von eßbaren Überzügen^[66]. Tab. 3-5 zeigt eine Auswahl zugelassener Stoffe für Kaugummi.

Tab. 3-5: Zusatzstoffe für Kaugummi^[67]

Stoff	E-Nummer	Höchstmenge
Geliermittel		20 g in 1 kg verzehrfertigem Erzeugnis, einzeln oder insgesamt
Xanthan	415	
Verdickungsmittel, Stabilisatoren		
Methylcellulose	461	
Carboxymethylcellulose	466	
modifizierte Stärke	-	60 g in 1 kg
Gummi arabicum	414	keine Einschränkung
Emulgatoren		
Polysorbate (TWEEN®)	435	5 g in 1 kg
Zuckerester	473	10 g in 1 kg
Farbstoffe		
Titandioxid	171	300 mg in 1 kg

Viele Zusatzstoffe, hier nicht aufgelistet, wie Wachse, Harze, Elastomere u.a. (s. Kap. 3.1.2.2) sind bekanntlich in der Kaubase zu finden. Die hier erwähnten Stoffe werden nur zur Beeinflussung der Drageedeckenqualität verwendet.

Gummi arabicum-Lösungen^[68] werden nicht nur zum Vorgummieren von empfindlichen Kernen verwendet, sondern aus folgenden Gründen direkt im Dragiermedium^[69, 70] eingesetzt:

- Reduzierung der Kristallisationsgeschwindigkeit,
- Oberflächenglättung,
- Verringerung der Klebeneigung während des Prozesses,
- Verbesserung der Knusprigkeit der Drageedecke.

Modifizierte Stärke^[71], Methylcellulose (MC) und Carboxymethylcellulose (CMC) könnten als Ersatz für Gummi arabicum verwendet werden, weil sie akzeptable funktionelle Eigenschaften besitzen wie klare Filmbildung, neutraler Geschmack, geschmeidige Textur und gute Löslichkeit. Der positive Einfluß auf das Dragieren hat sich noch nicht bestätigt.

Das Verdickungsmittel Xanthan^[72, 73] soll die Stabilität der Dragiersuspension gewährleisten und hat einen gewissen Einfluß auf die Textur der Drageedecke. Als weitere verfahrenstechnische Hilfsstoffe werden Polysorbate (TWEEN®) sowohl in der pharmazeutischen als auch in der Lebensmittelindustrie eingesetzt^[74]. Sie besitzen eine hohe Grenzflächenaktivität, wodurch die Oberflächenspannung des Dragiermediums stark herabgesetzt wird. Dies hat eine wesentlich gleichmäßigere Verteilung des Dragiermediums auf den Kaugummikernen zur Folge. Den gleichen Verteilungseffekt bewirken Zuckerester. Ihr hauptsächlicher Verwendungszweck ist allerdings die Kristallisationshemmung bei Backwaren. Dies läßt darauf schließen, daß sie beim Dragieren ebenfalls auf den Kristallisationsschritt wirken. Titandioxid dient zum Weißfärben der Dragees.

3.2 Zuckeraustauschstoffe – Eigenschaften und Verwendung beim Dragieren

Zuckeraustauschstoffe sind Süßungsmittel, die aufgrund ähnlicher Süßintensität und Funktionalität anstelle von Zucker in Lebensmitteln eingesetzt werden und für Diabetiker verträglich sind^[75]. In der Bundesrepublik Deutschland sind Zuckeraustauschstoffe mit Ausnahme von Fructose nach § 2 Abs. 1 Nr. 1 LMBG den Zusatzstoffen gleichgestellt, unabhängig von ihrer Herkunft (natürlich oder synthetisch). Laut Anlage 2 § 2 Abs. 2 der Zusatzstoff-Zulassungsverordnung (ZZuIVO) sind Zuckeraustauschstoffe zugelassen. Darüber hinaus wird die Zulassung für diätetische Lebensmittel für Diabetiker in der Diät-Verordnung (§ 8) geregelt^[65].

Die Verwendung von mehr als 100 g Zuckeraustauschstoff in 1 kg Fertigerzeugnis muß durch die Angabe „mit Zuckeraustauschstoff“ und den Hinweis „kann bei übermäßigem Verzehr abführend wirken“ (ZZuIVO, § 8, Nr. 6) kenntlich gemacht werden.

3.2.1 Chemische Struktur und Herstellungsverfahren

Die zum Dragieren verwendeten Zuckeraustauschstoffe lassen sich in zwei Gruppen, die Mono- und Disaccharidalkohole, einteilen (Tab. 3-6).

Die Zuckeralkohole Xylit und Sorbit werden durch Hydrierung der entsprechenden Monosaccharide hergestellt.

Tab. 3-6: Übersicht über verschiedene Zuckeraustauschstoffe^[76]

Gruppe	Saccharid	Zuckeraustauschstoff
1	D-Xylose	Xylit (D-Xylo-pentan-1,2,3,4,5-pentol)
	D-Glucose	Sorbit (D-Glucos-hexan-1,2,3,4,5,6-hexaol)
2	Maltose	Maltit (4-O- α -D-Glucopyranosyl-D-Sorbit)
	Isomaltulose	Isomalt: 1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) und 6-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (1,6-GPS)

Die Polyole Maltit und Isomalt gehören zu den Disaccharidalkoholen. Sie bestehen aus einem Glucosemolekül, das glykosidisch mit einem Hexit (Sorbit oder Mannit) verknüpft ist. Maltit ist eine Reinkomponente, die direkt durch Hydrierung aus dem Disaccharid Maltose gewonnen werden kann. Isomalt ist der Handelsname für ein Isomerengemisch^[77], bestehend aus 1-O- α -D-Glucopyranosyl-D-mannit (1,1-GPM) und 6-O- α -D-Glucopyranosyl-D-sorbit (Isomaltit, 1,6-GPS).

Der Herstellungsprozeß der Zuckeraustauschstoffe besteht aus den Schritten der Gewinnung und Reinigung eines reduzierenden Saccharids und anschließender katalytischer Hydrierung zum entsprechenden Zuckeralkohol. Zur Herstellung von Isomalt^[77, 78] wird im ersten Schritt nicht-reduzierende Saccharose (2- β -D-Fructofuranosyl- α -D-glucopyranosid) enzymatisch in reduzierende Isomaltulose (Palatinose von palatinum = lat. für Pfalz, 1-O- α -D-Glucopyranosyl-6-D-fructofuranosid) umgewandelt (Abb. 3-6).

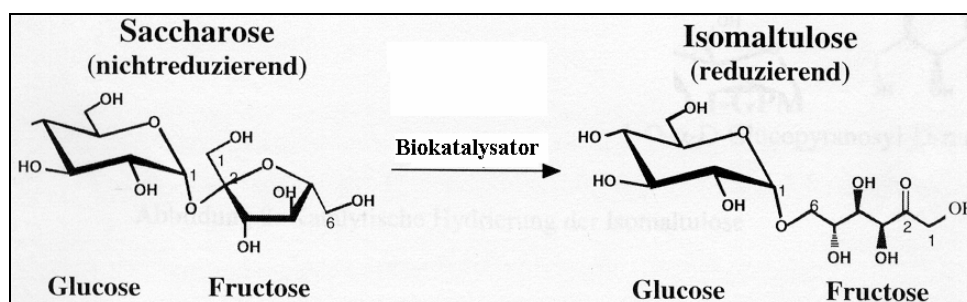


Abb. 3-6: Enzymatische Umlagerung der Saccharose in Isomaltulose

Somit kann Isomaltulose z.B. an Nickelskatalysatoren hydriert werden. Durch die Hydrierung der Carbonylgruppe des Fructoseteils der Isomaltulose entsteht ein neues chirales Zentrum, wobei die beiden Diastereomere 1,1-GPM und 1,6-GPS entstehen (Abb. 3-7). Durch die Wahl unterschiedlicher Katalysatoren kann das 1,1-GPM : 1,6-GPS-Verhältnis im Bereich 40:60 bis 60:40 variiert werden. Bei Kristallisation aus wäßriger Lösung bildet 1,1-GPM ein Dihydrat.

Im Handelsprodukt Isomalt ST liegen die Komponenten 1,6-GPS und 1,1-GPM in einem Verhältnis von ca. 1:1 vor. Ein weiterer Isomalttyp (Isomalt GS), speziell für dragierte Produkte entwickelt, besteht zu 75-80 % aus der Komponente 1,6-GPS und dem restlichen Anteil 1,1-GPM. Der Anteil der beiden Komponenten im Isomalt beträgt ca. 94,5 %. Die weiteren Komponenten sind ca. 3,5 % Wasser und ca. 2 % weitere Bestandteile, vor allem D-Sorbit und D-Mannit^[77, 78, 79].

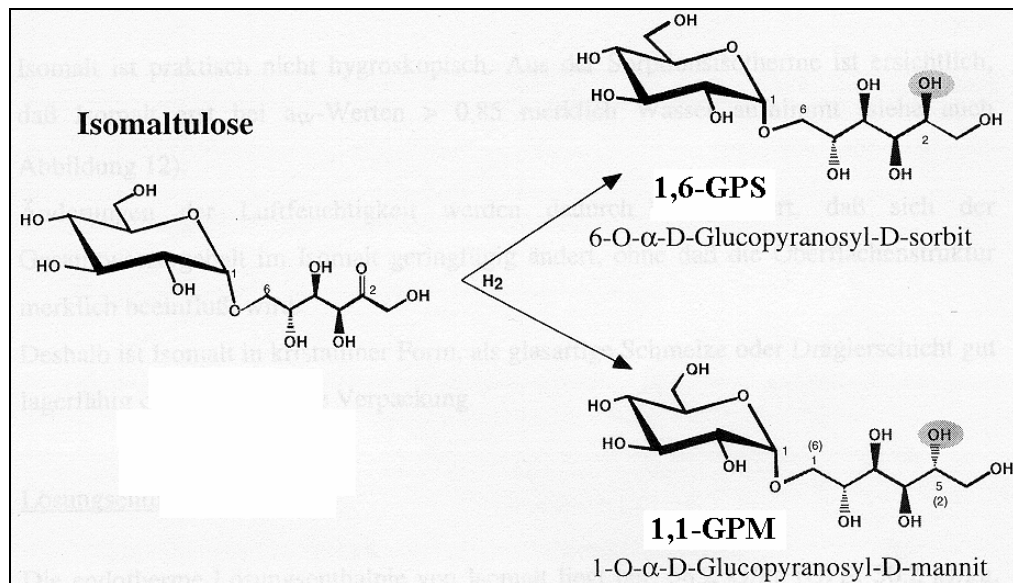


Abb. 3-7: Katalytische Hydrierung der Isomaltulose

Die beiden Komponenten des Isomalts haben unterschiedliche Kristallsysteme. Das 1,6-GPS bildet ein monoklines System aus, dessen Morphologie sich durch keilförmige Kristalle darstellt. Das 1,1-GPM $\cdot 2H_2O$ liegt orthorombisch vor, in Form von langgezogenen nadelförmigen Kristallen^[80].

3.2.2 Physikalisch-chemische Eigenschaften verschiedener Zuckeralkohole

Der Ablauf des Dragierprozesses und die Qualität des Produktes sind abhängig von den Eigenschaften des verwendeten Rohstoffs. Daher müssen bestimmte physikalisch-chemische Eigenschaften der Polyole (Tab. 3-7) für die Formulierung neuer Rezepturen und für die Einstellung der Prozeßparameter bekannt sein. Ausgangspunkt ist immer der Vergleich mit Saccharose, dem am meisten untersuchten und am besten charakterisierten Saccharid^[39, 46, 81, 82, 83, 84, 85, 86]. Aus Tab. 3-7 ist ersichtlich, daß Isomalt die geringste Süßkraft hat. *Lichtenthaler*^[87] vermutet, daß diese Eigenschaft auf die molekulare Struktur zurückzuführen ist.

Tab. 3-7: Physikalisch-chemische Eigenschaften von Polyolen

	Xylit	Sorbit	Maltit	Isomalt	Saccharose
Anzahl C-Atome [-]	5	6	12	12	12
Molekulargewicht [g/mol]	152	182	344	344	342,3
Schmelzpunkt [°C]	94	97	150	145-150	188
Lösungsenthalpie ^[88] [kJ/kg]	-153,1	-111,0	-79,1	-39,4	-18,1
Löslichkeit (25 °C) [Gew.-%]	64	70	60	25	67,5
Süßkraft [-]	0,8-1	0,4-0,7	0,65-0,7	0,28-0,5	1
E-Nummer [-]	967	420	965	953	-

Für den Prozeß selbst ist die Viskosität ein wichtiges Kriterium. Die Viskosität limitiert alle ablaufenden Prozesse des Impuls-, Energie- und Stofftransportes im Bereich des Mikroengineerings. Sie beeinflusst das Kristallisationsverhalten der Sirupschichten und ist maßgeblich verantwortlich für die Verteilung des Sirups auf den Kernen. Empirisch wurde herausgefunden, daß die Viskosität der Dragiermedien nicht über 200 mPas^[11, 38, 89, 90] (kritische Viskosität) hinaus gehen sollte. In der fol-

genden Abbildung (Abb. 3-8) ist die Viskosität der Zuckeralkohole und Saccharose bei verschiedenen Temperaturen im Sättigungszustand schematisch dargestellt. Diese Verläufe sind maßgeblich von der Löslichkeit der einzelnen Substanzen abhängig (Abb. 3-9).

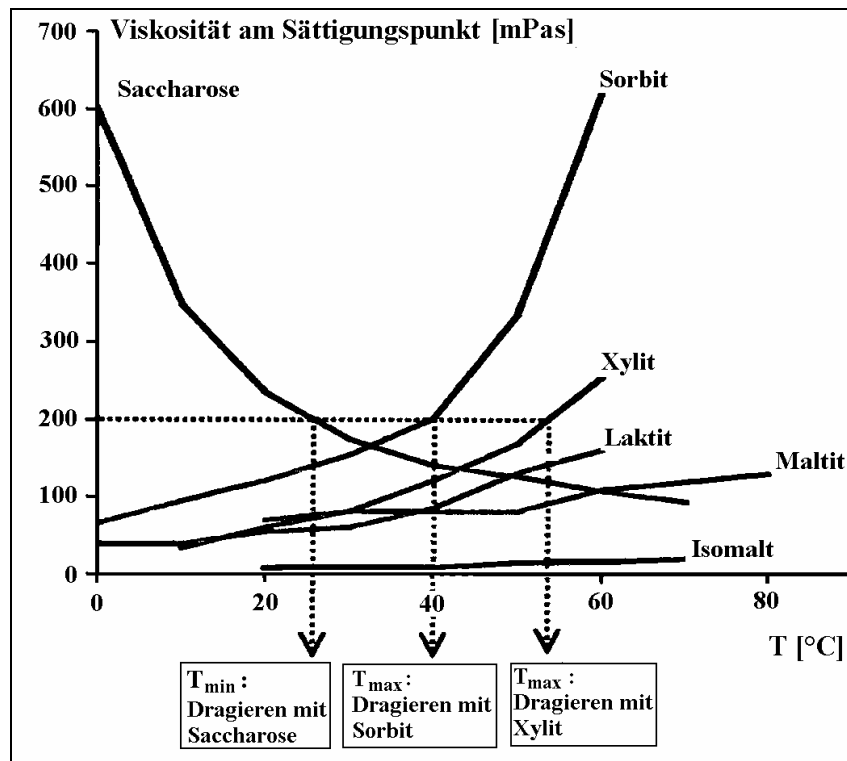


Abb. 3-8: Viskositätsverhalten von Zuckeralkoholen im Sättigungszustand^[91]

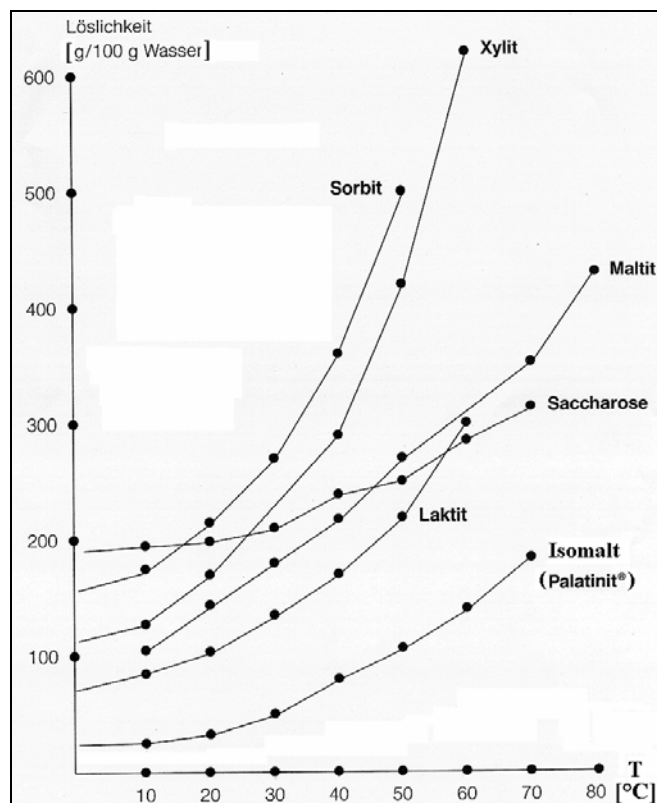


Abb. 3-9: Löslichkeit von Polyolen in Abhängigkeit von der Temperatur^[76]

Bei der Rezepturentwicklung muß immer bedacht werden, daß der Trockensubstanzgehalt einer Dragierlösung 60 bis 70 % betragen sollte, damit das Dragieren nicht zu lange dauert.

Das Zwei-Komponenten-System Isomalt zeigt in Abhängigkeit von der Zusammensetzung unterschiedliches physico-chemisches Verhalten, weil 1,6-GPS Kristalle wesentlich besser löslich sind als 1,1-GPM Kristalle. Dieser Unterschied wirkt sich auf das Löslichkeitsverhalten dieses Systems und somit auf das Fließverhalten und andere Eigenschaften aus. Je größer der Anteil der 1,6-GPS-Komponente ist, desto höher ist die Sättigungskonzentration mit steigender Temperatur.

3.2.3 Besonderheiten der Zuckeraustauschstoffe beim Dragieren

Jeder Zuckeraustauschstoff hat spezielle Eigenschaften, die beim Dragieren berücksichtigt werden müssen^[38, 89, 92]. Mit Hilfe der Firmenschriften geben die Zuckeralkoholhersteller Empfehlungen zur Verarbeitung des jeweiligen Produkts zur Herstellung optimaler Dragees. So gibt die *Palatinit Süßungsmittel GmbH*^[36, 93] Empfehlungen für Isomalt ST- und Isomalt GS-Dragierungen, *Roquette Frères*^[90, 91] zeigt Informationen über die Isomalt-, Maltit-, Sorbit- und Xylit-Verarbeitung und *Cerestar*^[94] informiert über Sorbit. Mit diesen Informationen wird versucht, mit möglichst wenig Aufwand die optimalen Dragierbedingungen für den jeweiligen Zuckeralkohol einzustellen. Die ständige Weiterentwicklung der Verarbeitung von Zuckeralkoholen und der permanenten Veränderungen/Optimierungen der Dragierprozeßbedingungen für die einzelnen Rohstoffe ist den Publikationen zu entnehmen.

Bereits vor 1995 hat *Palatinit Süßungsmittel GmbH*^[36] mit Suspensionen gearbeitet, deren disperse Phase nicht nur aus dem Polysaccharid Gummi arabicum und Pigmenten besteht, sondern aus Kristallkeimen. Zur Reduzierung der Klebeneigung wurde zusätzlich während des Prozesses mit Pulver abgestreut. Beide Maßnahmen, Suspension und Pulver, führen zur Beschleunigung des Dragierens. Auch *Roquette Frères* entwickelten später ein Verfahren, bei dem der massive Einsatz von pulvrigem Polyol („dry charge“) beschrieben wird, was eine Kombination aus der klassischen Hart- und Weichdragierung ist. Es handelt sich um das sog. Lycoat®-Verfahren^[95, 96, 97, 98] bei dem ein großer Anteil der Decke durch Aufstreuen von pulvrigem Maltit aufgebaut wird und keine weitere Trocknungsluft zum Einsatz kommt. Die Dragierzeit wird verkürzt, wobei das Produkt nicht ganz die Merkmale klassischer Hartdragees hat.

Durch den Feststoffanteil in einer Dragiersuspension wird die Klebeneigung zwischen den Einlagen verringert und die Dragierzeit verkürzt. Es handelt sich um ein metastabiles System bezüglich Aggregation und Sedimentation. Die Brownsche Molekularbewegung ist aufgrund der großen Partikel (ca. 90 µm) nicht mehr wirksam.

Zur Charakterisierung der Suspension können folgende Eigenschaften dienen:

- Suspensionsviskosimetrie,
- Wechselwirkungen zwischen den Phasen,

- Ausbildung von Solvathüllen oder Adsorptionsschichten um die dispersen Teilchen,
- Grenzflächenspannung,
- aggregative Stabilität,
- Sedimentationsstabilität.

Dies ist die Auswahl der im Rahmen dieser Arbeit ermittelten Eigenschaften.

Die Lagerstabilität von Saccharose-Dragees ist wesentlich besser als die von Sorbit- und Xylit-Dragees. Durch das Dual-Komposition-Verfahren^[99, 100, 101, 102] soll die Lagerstabilität verbessert werden.

Besonders Isomalt ST- und Isomalt GS-Dragees haben neben Maltitdragees ein saccharose-ähnliches Lagerungsverhalten, was auf die geringe Hygroskopizität zurückzuführen ist. Bei der Lagerstabilität von Dragees soll der Gehalt an Glycerin $\leq 3 \%$ ^[103] und Wassergehalt $\leq 2,5 \%$ ^[103, 104] des Kerns eine Bedeutung haben.

3.3 Granulometrische Untersuchungen an dispersen Systemen

Dragiermedien sind entweder niedermolekulare Lösungen aus zwei oder mehr Komponenten, wie z.B. Zuckerlösungen, oder Suspensionen aus zwei oder mehr Phasen, wie z.B. Fruchtnektar.

Suspensionen (grobdispers) bestehen aus mindestens einer festen dispersen und einer flüssigen kontinuierlichen Phase. Bei Verwendung von Polysacchariden handelt es sich um ein kolloidales System, in der das Polysaccharid sehr fein dispergiert ist, ohne wirklich in der kontinuierlichen Phase gelöst zu sein (Turbidität).

In Suspensionen sind der Zustand der festen Phase, die Polydispersität, die Konzentration, die Partikelform^[105] u.a., für verarbeitende Prozesse und das Endprodukt von großer Bedeutung. Einfluß haben diese Suspensionseigenschaften auf das rheologische Verhalten und die Stabilität des Systems. Kolloide Systeme sind im Gegensatz zu grobdispersen Suspensionen homogener und stabiler.

3.3.1 Sedimentationserscheinungen in Suspensionen

Die anfänglich gleich verteilten Teilchen der dispersen Phase von Dispersionen und makromolekularen Lösungen sedimentieren in metastabilen Systemen in folge des Kraftfeldeinflusses. *Stokes* formulierte die Gleichung (Gl. 1), die die Sedimentationsgeschwindigkeit in Systemen, bestehend aus diskreten, gleichgroßen und gleichförmigen Partikeln, beschreibt:

$$v_{se} = \frac{d^2 \cdot (\rho_F - \rho_{Fl}) \cdot g}{18 \cdot \eta} \quad (Gl. 1)$$

Anhand des *Stokes'schen* Gesetzes^[106] können Maßnahmen abgeleitet werden, die die Sedimentationsgeschwindigkeit reduzieren, z.B. der Einfluß der Partikelgröße d , die Erhöhung der Viskosität η und Dichte der kontinuierlichen Phase ρ_{Fl} . Die Sedimentationsgeschwindigkeit der suspendierten Phase ist von vielen Faktoren abhängig. Sie gilt für Einzelpartikelsedimentation mit Trockenmas-

seanteile $\leq 5\%$ mit NEWTONschem Fließverhalten. Dieses Gesetz berücksichtigt nicht alle einflußnehmenden Faktoren, wie:

- gegenseitige Beeinflussung der dispergierten Teilchen (Schwarmsedimentation),
- Polydispersität,
- Abweichung von der Kugelgestalt, dadurch ungleiche Gestalten der Teilchen,
- zusätzliche Diffusion, Thermodiffusion und Rotationsdiffusion im Dispersionsmittel,
- Transport elektrischer Ladungen,
- Strukturierungseffekte.

Es existiert ein sehr umfangreicher Überblick^[106] über die Entwicklung der mathematischen Formulierung der Sedimentationsgeschwindigkeit.

3.3.2 Experimentelle Bestimmung der Parameter disperser Systeme

Um Problemen in der Verarbeitung vorzubeugen, können die granulometrischen Eigenschaften von Suspensionen auf verschiedenste Weise erfaßt und entsprechend beeinflußt werden. Es existieren viele Methoden^[107] zur Bestimmung von Teilchenparametern. Dazu gehören:

- Sedimentation im Schwerfeld und in der Ultrazentrifuge,
- statische Lichtstreuung,
- dynamische Lichtstreuung,
- Röntgenkleinwinkelstreuung,
- Elektronenmikroskopie.

In der hier vorliegenden Arbeit wird die Sedimentation im Schwerfeld mit optischer Bestimmung gemessen. Mit dieser Stabilitätsanalytik disperser Systeme ist es möglich, die Entmischungskinetik, die Sedimentationsgeschwindigkeit und die Beurteilung der Polydispersität zu bestimmen. Die Beurteilung der Aggregation und Homogenität der dispersen Phase sowie die Einschätzung der Sedimentkompaktheit und somit die Redispergierbarkeit in Suspensionen sind ebenfalls möglich. Mit dieser Methode ist der Beginn von Phasenänderungen um das 4- bis 5fache früher zu erkennen als mit dem bloßen Auge.

Die Bestimmung der reinen Partikelgrößenverteilung kann mit dem Laserbeugungsverfahren oder mit einer digitalisierten Bildanalyse durchgeführt werden. Die Bildanalyse hat den Vorteil, daß sie zusätzliche Informationen über die Partikelformen geben kann. Sie ist allerdings aufwändiger und zeitintensiver als die Laserbeugungsmessung. Die Laserbeugungsmessung ist eine standardisierte Methode, deren Prinzip und Durchführung in der Vorschrift *ISO 13320*^[108] festgelegt ist.

Bei dieser Methode wird die Störung der Ausbreitung von Lichtwellen durch Partikel für die Partikelgrößenanalyse genutzt. Verwendete physikalische Effekte sind die Streuung und die Absorption von Lichtwellen an kleinen Partikeln. Behandelt wird nur die Streuung, bei der es sich um die Ablenkung von Lichtwellen aus ihrer ursprünglichen Richtung durch Brechung, Reflexion und Beu-

gung an Partikeln handelt. Die Intensitätsdifferenz zwischen der Lichtquelle und dem Streulicht ist ein Maß für die Partikelgröße.

Generell kann die Lichtstreuung sehr genau nach der *Mie*-Theorie^[109] beschrieben werden. Die *Mie*-Theorie gibt Antwort auf die Frage, wie die Intensitätsverteilung der gestreuten Welle um eine Kugel aussieht, wenn die Wellenlänge λ ungefähr so groß ist wie der Kugeldurchmesser d . Besitzt das einfallende Licht eine Wellenlänge λ und eine Intensität I_0 , so ist die Intensität des gestreuten Lichtes eine Funktion des Streuwinkels θ , des Kugeldurchmessers d , der Wellenlänge λ und des Brechungsindex n_i der Kugel.

Die Anwendung der *Mie*-Theorie ist sehr kompliziert. Ihre Verwendung verlangt die Kenntnis über den Brechungsindex der Partikel. Es wird daher eine einfachere Annäherung zur Beschreibung der Beziehung zwischen der Wellenlänge λ und dem Partikelradius r verwendet.

Die optischen Eigenschaften sehr kleiner Partikel haben einen deutlich größeren Einfluß auf Streueigenschaften als Partikel mit einem Durchmesser $> 40 \mu\text{m}$. Daher kann ein breiterer Partikelgrößenbereich nur gemessen werden, wenn mehrere Theorien kombiniert werden:

- **Rayleigh-Streuung:** $r \ll \lambda$,
- **Mie-Streuung:** $r \approx \lambda$ ^[110],
- **Fraunhofer-Streuung:** $r \gg \lambda$.

Die *Mie*-Theorie wird vor allem bei Naßmessungen angewandt, weil in der Berechnung der Brechungsindex des Partikels berücksichtigt wird und somit genauere Ergebnisse erhalten werden.

3.4 Begriffe und Definitionen der Rheologie

Die Rheologie betrachtet als Teilgebiet der Physik das Fließ- und Deformationsverhalten von nicht-idealen Flüssigkeiten, Festkörpern und kolloidalen Systemen unter der Einwirkung äußerer anisotroper Kräfte.

Kenntnisse^[111] des rheologischen Verhaltens dienen als Grundlage zur Planung und Konstruktion von Maschinen und Anlagen, zur Optimierung von technologischen Prozessen und zur Erschließung der Struktur und Bindung von Stoffen oder Molekülen. Die Einteilung der Rheologie wird nicht nur nach Stoffklassen wie Lebensmittel, Polymere, Verbundwerkstoffe etc. durchgeführt, sondern sie wird auch in Mikro-, Makro- und Texturrheologie (bei Lebensmitteln) unterteilt. Beim Dragieren hat das rheologische Verhalten der Flüssigkeit einen entscheidenden Einfluß auf die Benetzung und Verteilung der Flüssigkeit auf den Kernen.

3.4.1 Mikrorheologie oder Molekularrheologie

Die Mikrorheologie^[112] untersucht die Ursachen des Fließverhaltens und der Fließanomalien der Stoffe auf der Grundlage ihres molekularen bzw. dispersen Aufbaus und ihrer Struktur. Es werden während des Deformationsvorganges die Art, Form, Größe, Konzentration und Wechselwirkungen

der vielseitigen Komponenten in Lebensmitteln sowie die statische bzw. dynamische Mikrostruktur betrachtet. Die mikrorheologischen Deformationsprozesse werden auf der Basis molekularer, physico-chemischer Gesetzmäßigkeiten beschrieben bzw. interpretiert. Dadurch wird der Mechanismus des Einflusses einzelner Faktoren auf die rheologischen Phänomene und Möglichkeiten der aktiven Beeinflussung der rheologischen Eigenschaften sichtbar.

Die Temperaturabhängigkeit der Viskosität einer Flüssigkeit, wie Transportverhalten, wird am einfachsten analog dem **ARRHENIUS-Ansatz**^[12] beschrieben.

$$\eta(T) = \text{Koeff} \cdot \exp(E_A / R \cdot T) \quad (\text{Gl. 2})$$

Nach der Theorie von **FRENKEL** und **EYRING** müssen die Moleküle eine Potentialbarriere überwinden, wenn sie von einem gegebenen Platz in eine Leerstelle überwechseln. Dazu ist eine Aktivierungsenergie E_A notwendig. Dieser Ansatz ist nur auf Fluide beschränkt, die aus kugelförmigen Molekülen aufgebaut sind und keinerlei intermolekulare Wechselwirkungen aufweisen. Die Erhöhung der Temperatur führt sowohl zur Vergrößerung der Anzahl der Leerräume, als auch zur Verringerung der quasikristallinen Ordnungszustände und zur Erhöhung der Geschwindigkeit der Selbstdiffusion. Dadurch verringert sich die Dichte der Flüssigkeit und erhöht sich die Beweglichkeit der Moleküle.

Aus der Größe der Moleküle bzw. Partikel lassen sich folgende Systeme klassifizieren: reine Flüssigkeiten (z.B. Wasser), Schmelzen, Lösungen (z.B. Saccharose in Wasser gelöst), kolloidale Suspensionen (z.B. Saccharoselösung mit Kristallkeimen), grobdisperse Systeme (z.B. Saccharoselösung mit großen, ungelösten Kristallen) usw.

3.4.2 Makrorheologie oder phänomenologische Rheologie

Die Makrorheologie untersucht die äußeren Erscheinungen (phänomenologische Betrachtung) der Körper bei der Deformation und beschreibt die Phänomene mit rheologischen Zustandsgleichungen und mechanischen Modellen, wie z.B. viskose, plastische oder elastische Körper. Die Untersuchungsmethodik fluiden und fester Körper basiert auf Gesetzmäßigkeiten der Mechanik. Die Rheometrie umfaßt Meßmethoden und Geräte zur experimentellen Bestimmung der phänomenologischen Stoffwerte, die den physikalischen Zustand im Mikrobereich integral widerspiegeln.

Die Makrorheologie nutzt für die Darstellung der drei rheologischen Grundeigenschaften Viskosität, Elastizität und Plastizität die einfachen Modellkörper von **NEWTON**, **HOOKE** und **St. VENANT**, wie im Kap. 3.4.2.2 beschrieben wird.

3.4.2.1 Grundlagen der Makrorheologie

Wirkt eine vorgegebene, bekannte Kraft F auf einen Körper, so wird dieser deformiert. Die von außen angreifende Kraft F erzeugt in dem Körper eine Spannung $p = F/A$, die im Gleichgewicht mit den inneren Spannungen des Körpers steht. Die inneren Spannungen werden durch inter-

molekulare Wechselwirkungen hervorgerufen. Aus dem Verhalten der Kraftänderung^[111] im Lauf der Zeit können Rückschlüsse auf das Stoffsystem gezogen werden.

Es wird zwischen folgenden verschiedenen Arten von Deformation unterschieden:

- **elastische Deformation:** Dabei erfolgt eine reversible Abstandsdehnung zwischen Molekülen. Die dazu notwendige Energie wird gespeichert und nach Ende der äußeren Krafteinwirkung geht die Deformation spontan und vollständig zurück.
- **plastische Deformation:** Nach Überschreiten der Fließgrenze bleibt die Deformation bestehen. Der Vorgang beruht auf Platzwechselvorgängen der Teilchen innerhalb des deformierten Körpers. Die zur Deformation eingetragene Energie wird vollständig dissipiert. Der Zusammenhalt des Körpers bleibt bestehen.
- **viskose Deformation:** Im Gegensatz zur plastischen Deformation erfolgt hier ein sofortiges irreversibles Fließen.

3.4.2.2 Deformationsverhalten idealer Körper nach NEWTON und HOOKE

Bei einem NEWTONschen Körper, z.B. einer niedermolekularen Flüssigkeit, ist die Schubspannung τ proportional zum resultierenden Schergefälle $\dot{\gamma}$. Es wird von einem idealviskosen Fluid ausgegangen, bei dem die Viskosität ein konstanter Stoffkennwert ist. Die Proportionalitätskonstante stellt die dynamische Viskosität η dar.

$$\tau = \eta \cdot \dot{\gamma} \quad \text{NEWTONsches Gesetz} \quad (\text{Gl. 3})$$

Wird dagegen ein elastischer Körper anisotrop belastet, so tritt eine (reversible) Schubverformung γ ein. Für ideal elastische Körper gilt das HOOKEsche Gesetz:

$$\tau = G \cdot \gamma \quad \text{HOOKEsches Gesetz} \quad (\text{Gl. 4})$$

Dabei stellt G den Schub- oder Gleitmodul dar.

Ein ideal plastischer Körper weist eine Fließgrenze bei der Schubspannung τ_0 auf. Für $\tau < \tau_0$ erfolgt keine Deformation (starrer Körper), während für $\tau \geq \tau_0$ eine momentane, unbegrenzte und widerstandsfreie Deformation eintritt.

3.4.2.3 Verhalten realer, nicht-NEWTONscher Flüssigkeiten

Das Gros realer Lebensmittelsysteme z.B. Ketchup, Mayonnaise, Schokoladenmassen u.a. zeigen mehr oder weniger starke Abweichungen vom Deformationsverhalten idealer Körper (Wasser, Milch, Bier, Spirituosen) in Abhängigkeit von ihrem strukturellen Aufbau.

In Abb. 3-10 ist das unterschiedliche Fließverhalten nicht-NEWTONscher Flüssigkeiten dargestellt.

Nicht-NEWTONsche Fluide werden unterschieden in

- **rheostabile**, scherzeitunabhängige Flüssigkeiten/Medien,
- **rheodynamische**, scherzeitabhängige Flüssigkeiten/Medien,
- und **viskoelastische** Flüssigkeiten/Festkörper.

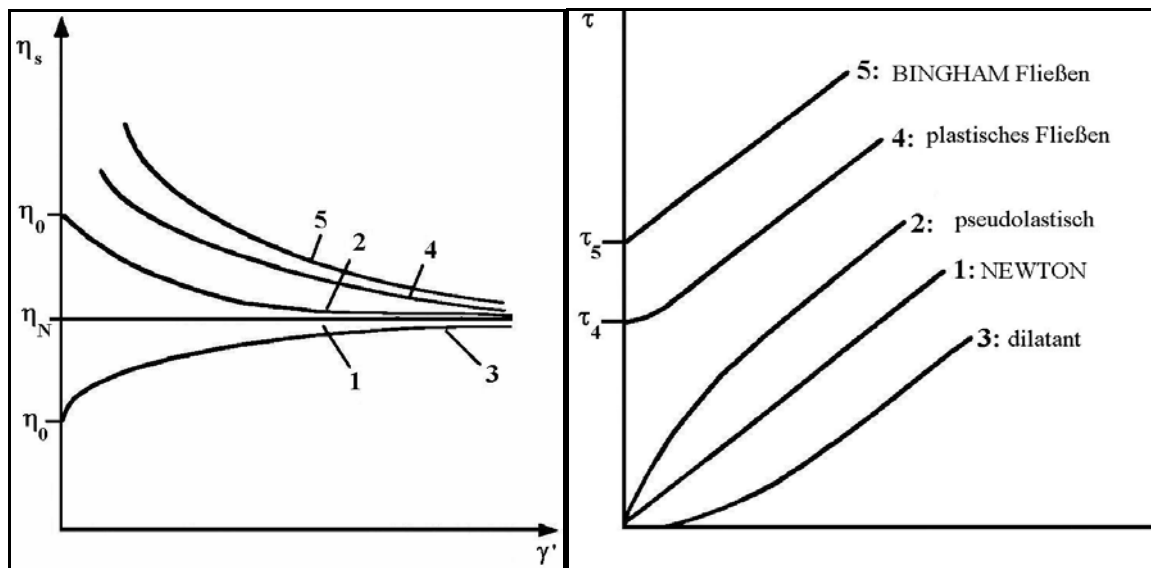


Abb. 3-10: Schematische Darstellung des Fließverhaltens NEWTONscher und nicht-NEWTONscher Flüssigkeiten^[112]

Bei Flüssigkeiten (strukturviskose bzw. pseudoplastische Fluide) existiert eine Ruhestuktur, die durch ein wirkendes Schergefälle $\dot{\gamma}$ dynamisch zerstört wird. Dadurch fällt die Viskosität von einem hohen Anfangswert (Null- oder Ruheviskosität η_0) auf einen niedrigen Endwert bzw. Gleichgewichtswert. Dies bedeutet, daß bei Transportprozessen die verarbeitete Substanz auf eine Druckerhöhung (Schubspannungserhöhung) mit einer überproportionalen Erhöhung der Fließgeschwindigkeit reagiert. Viele technische und handelsübliche Substanzen wie Emulsionen, Suspensionen oder Dispersionen gehören zu den strukturviskosen Fluiden. Eine vereinfachte Erklärung für diesen technisch bedeutsamen Effekt der Strukturviskosität ist in Abb. 3-11 dargestellt:

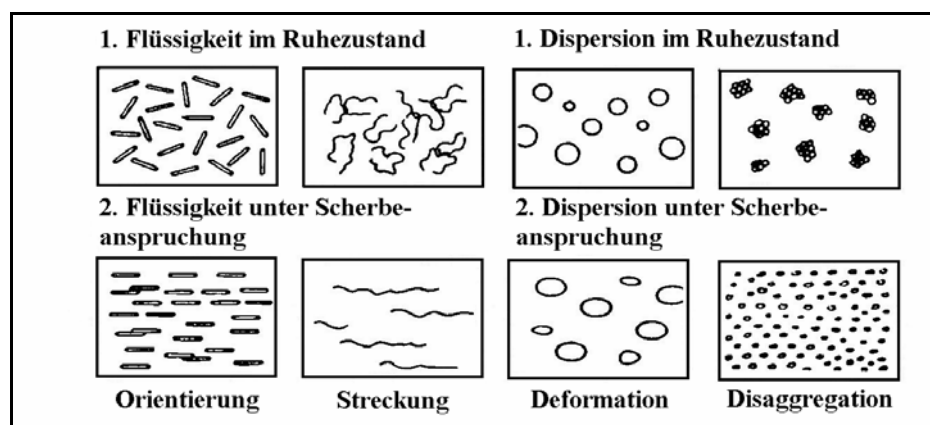


Abb. 3-11: Strukturviskose Fluide^[113] im Ruhezustand und unter Scherbeanspruchung

Mathematisch läßt sich die Charakteristik des nicht-NEWTONschen Fließens mit einer Reihe von Modellansätzen beschreiben. Eine Auswahl dieser Ansätze ist in Tab. 3-8 aufgeführt.

Tab. 3-8: Modelle^[111] für strukturviskose nicht-NEWTONsche Flüssigkeiten

Bezeichnung	Zustandsgleichung	Schergeschwindigkeit	Viskositätsfunktion	Stoffparameter
NEWTON	$\tau = \eta \cdot \frac{dv}{dy} = \eta \cdot \dot{\gamma}$	$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{\eta}$	$\eta = \frac{\tau}{\dot{\gamma}}$	η in Pas
OSTWALD-DE WAELE	$\tau = K \cdot \dot{\gamma}^n$	$\dot{\gamma} = \left(\frac{\tau}{K}\right)^{1/n}$	$\eta_{eff} = K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}$	K in $N s^n/m^2$; $n < 1$
STEINER-STEIGER-ORY	$\tau = \frac{1}{C + A\tau^2} \cdot \dot{\gamma}$	$\dot{\gamma} = \tau \cdot (C + A\tau^2)$	$\eta_{eff} = \frac{1}{C + A\tau^2}$	$C = 1/\eta_0$ in $m/(N s)$ A in m^2/N
FERRY	$\tau = \frac{\eta_0}{1 + C\tau} \cdot \dot{\gamma}$	$\dot{\gamma} = \frac{\tau(1 + C)}{\eta_0}$	$\eta_{eff} = \frac{\eta_0}{1 + C\tau}$	η_0 in $N s/m^2$ C in m^2/N
DE HAVEN	$\tau = \frac{\eta_0}{1 + C\tau^n} \cdot \dot{\gamma}$	$\dot{\gamma} = \frac{\tau(1 + C\tau^n)}{\eta_0}$	$\eta_{eff} = \frac{\eta_0}{1 + C\tau^n}$	η_0 in $N s/m^2$ C in m^{2n}/N^n
ELLIS (1)	$\tau = (\eta_0 + K \cdot \dot{\gamma}^{n-1}) \cdot \dot{\gamma}$	$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{\eta_0 + K\dot{\gamma}^{n-1}}$	$\eta_{eff} = \eta_0 + K\dot{\gamma}^{n-1}$	η_0 in $N s/m^2$ K in $N s^n/m^2$
SISKO	$\tau = \eta_\infty \dot{\gamma} + b\dot{\gamma}^n$	$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{\eta_\infty + b\dot{\gamma}^{n-1}}$	$\eta_{eff} = \eta_\infty + b\dot{\gamma}^{n-1}$	η_∞ in $N s/m^2$ b in $N s^n/m^2$
WILLAMS	$\tau = \frac{A\dot{\gamma}}{B + \dot{\gamma}} + \eta_\infty \dot{\gamma}$	$\dot{\gamma} = \frac{\tau}{A/(B + \dot{\gamma}) + \eta_\infty}$	$\eta_{eff} = \frac{A}{B + \dot{\gamma}}$	A in N/m^2 B in s^{-1}

3.4.2.4 Viskoelastisches Verhalten von Flüssigkeiten

Viele Lebensmittel, wie z.B. gezuckerte Kondensmilch, zeigen bei Scherbeanspruchung sowohl viskoses als auch festkörperartiges elastisches Verhalten. Untersuchungen an realen Fluiden werden häufig mit oszillierend einwirkenden Kräften durchgeführt, um eine Zerstörung der nativen Probenstruktur sowie das Materialverhalten durch die Beanspruchung auszuschließen.

Bei Oszillations- bzw. Schwingungsversuchen wird durch die sinusförmige Änderung der Spannung bzw. Deformation das Relaxationsverhalten eines viskoelastischen Stoffes in einer möglichen Phasenverschiebung δ (Phasenverschiebungswinkel) zwischen der Erregungsschwingung und dem Antwortsignal gemessen. Für $\delta = 0^\circ$ liegt ein ideal elastischer Festkörper vor, während es sich bei $\delta = |-90^\circ|$ um ein ideal viskoses Fluid handelt. Bei viskoelastischen Stoffen gilt $0^\circ < \delta < |-90^\circ|$.

In Analogie zur Physik wird das dynamische Experiment mit Hilfe komplexer Zahlen beschrieben, wobei γ_0, τ_0 die Amplitude von Scherung bzw. Schubspannung im linearen Fließbereich, ω die Kreisfrequenz der Schwingung und t die Zeit ist. Im linear-viskoelastischen Bereich kann ein (komplexer) Schubmodul G^* definiert werden (Proportionalität zwischen der Schubspannung $\tau(t)$ und der Deformation $\gamma(t)$):

$$\tau(t) = G^*(\omega) \cdot \gamma(t) \quad (Gl. 5)$$

wobei hier G^* frequenzabhängig ist und sich aus einem elastischen (G') und einem viskosen Anteil (G'') zusammensetzt:

$$G^*(\omega) = G' + iG'' = \frac{\tau(t)}{\gamma(t)} \quad (\text{Gl. 6})$$

$$\text{mit } G' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot \cos \delta \text{ und } G'' = \frac{\tau_0}{\gamma_0} \cdot \sin \delta \quad (\text{Gl. 7 und Gl. 8})$$

Der Betrag des komplexen Schubmoduls $|G^*|$ ergibt sich zu:

$$|G^*| = \sqrt{(G')^2 + (G'')^2} \quad (\text{Gl. 9})$$

und der Phasenverschiebungswinkel δ zu

$$\tan \delta = \frac{G''}{G'} \quad (\text{Gl. 10})$$

Der Phasenverschiebungswinkel δ ist somit ein Kriterium für die Aufteilung des komplexen Schubmoduls G^* in einen elastischen (realen) und einen viskosen (imaginären) Anteil zur Bestimmung der „Stabilität“ des Fluids. Die Meßanstellungen sind: Amplitudensweep, Frequenzsweep, Temperatur- und Timesweep.

3.4.3 Festkörperrheologie bei Lebensmitteln

Die Texturanalyse oder Festkörperrheologie beinhaltet neben der Deformation von fluiden Systemen auch den Bruchvorgang bei festen Körpern. Ursprünglich wurde der Bruchvorgang fester Lebensmittel ausschließlich der Bruchmechanik zugeordnet. Letztlich unterliegen die Nahrungsmittel beim Verzehr (Abbeißen, Kauen, Schlucken) mechanischen Beanspruchungen und Deformationen. Die Textur (lat.: textura, textum – Gewebe, Geflecht) ist die Zusammenfassung der Eigenschaften von Lebensmitteln, deren Ursprung in den physikalisch-strukturellen Elementen des Lebensmittels liegt, und der Art, wie diese Elemente durch die physiologischen Sinne wahrgenommen werden können. Die Gesamt-Textur^[114] läßt sich sensorisch beschreiben und setzt sich aus Teileindrücken (Texturattributen) zusammen.

- **Gesichtssinn:** visuell (z.B. Form, Oberflächenbeschaffenheit, Dünn-/Dickflüssigkeit, Farbe etc.),
- **Gehörsinn:** auditorisch (z.B. Knusprigkeit, Knackigkeit, etc.), d.h. mit der Schalleitung durch die Luft und den Schädel,
- **Tastsinn:** haptisch: taktil, d.h. statisch empfundene Tasteindrücke mit den Fingerspitzen und der Zunge, z.B. Rauigkeit; kinästhetisch, d.h. dynamisch entstehende Eindrücke beim Brechen des Lebensmittels mit den Händen und beim Kauen im Mund (z.B. Zartheit, Knusprigkeit etc.).

3.4.3.1 Grundsätze der Texturcharakterisierung

Zur Texturcharakterisierung gehören nicht nur die sensorischen Analysenmethoden, die sowohl subjektiv (Beliebtheit und Bevorzugung einer Texturqualität) als auch objektiv (Mensch als Meßinstrument) sein können, sondern auch die Erfassung von Texturparametern. Die Texturparameter werden instrumentell gemessen. Ein zusätzlicher Schritt soll im makro-, mikro- und submikroskopischen Bereich die strukturellen Elemente eines Lebensmittels z.B. mit Hilfe der Raster-Elektronen-Mikroskopie (REM), Wassergehaltsbestimmung (KF-Titration) etc. analysieren, wodurch weitere Informationen zum physikalischen Verhalten gewonnen werden.

Das Ziel, Kenntnisse über die sensorische Textureigenschaften und Aufbau bzw. Zusammensetzung des Lebensmittels zu erlangen, ist das Ersetzen der sensorischen durch die instrumentelle Analyse. Die Kenntnis gewünschter Texturmerkmale ist Voraussetzung für die Herleitung technologischer Maßnahmen zur Erzeugung eines Lebensmittels mit bestimmter Textur bzw. zur Verbesserung eines bestehenden Produktes.

3.4.3.2 Objektive sensorische Erfassung der Textur

Die Lebensmittelsensorik^[115] ist eine relativ junge Wissenschaft, deren Anfänge erst Ende der 40er Jahre zu finden sind. Ihr Stellenwert steigt an, was durch die Aufnahme des sensorischen Prüfverfahrens in die Methodensammlung des LMBGs (§ 35) zu erkennen ist.

Die objektive oder analytisch orientierte Texturprüfung erfolgt mit einer ausgewählten und ausgebildeten Prüfergruppe (Panel). Entsprechend der Zielsetzung der Texturbeurteilung wird zwischen Unterschiedsprüfungen und beschreibenden/bewertenden Prüfungen unterschieden.

Im Gegensatz zu den reinen Unterschiedsprüfungen liefern beschreibende Tests wesentlich mehr Informationen über Einzelheiten der Textureigenschaften und über Art und Ausmaß von Unterschieden zwischen verschiedenen Produkten. Die häufigste Verwendung findet der bewertende Test^[116, 117], bei dem eine verbale Vorgabe von Texturattributen mit Punkten oder Noten zu beurteilen ist.

Hauptmerkmal der Texturprofilanalyse ist, daß die Textureigenschaften einer Probe in der Reihenfolge ihres Auftretens und nach Stärke umfassend beschrieben werden. Bei Kaugummidragees ergeben sich drei Attribute (Knusprigkeit, Bruchverhalten und Deckenhärte), die wie folgt zu beschreiben sind:

- beim ersten Biß mit einem Backenzahn: Ermittlung des Gesamteindrucks (Knusprigkeit bzw. ‚Crunch‘), im gleichen Zug wird das Geräusch bzw. die Lautstärke erfaßt,
- nach weiteren zwei Kauvorgängen: Erfassung der Brüchigkeit der Drageedecke,
- nach Abtrennung der Decke wird die Deckenhärte mit den Schneidezähnen analysiert.

Die Zusammenstellung der Attribute kann durch Kundenanforderungen an das Produkt festgelegt werden. Die wichtigsten und am häufigsten verwendeten Merkmale in der Texturbeschreibung (speziell Kaugummidragees) sind die ‚Crispness‘ und der ‚Crunch‘ (engl. crunchiness - Knirschen). In der Vergangenheit wurden viele Anstrengungen unternommen, um die beiden Begriffe voneinander sensorisch und instrumentell abzugrenzen. Es sollte bewiesen werden, daß es sich um geräuschabhängige Attribute^[118, 119] handelt. Sie sind beide miteinander verwandt, unterscheiden sich aber in der Tonlage^[118]. Außerdem wird der ‚Crunch‘ stärker von der Härte der Probe beeinflusst und liegt bei tieferen Tonlagen. Die bisherigen Untersuchungen an verschiedensten Lebensmitteln zur Beurteilung der Beziehungen zwischen ‚Crispness‘ und ‚Crunchiness‘ hinsichtlich der Kaugeräusche^[120] zeigten auffallende Korrelationen ($R^2 = 0,97$) zwischen den akustisch ermittelten und den parallel erfaßten sensorischen (Härte-) Daten.

3.4.3.3 Instrumentelle Texturanalyse

Die instrumentelle Texturanalyse erfaßt objektiv Texturparameter, d.h. einzelne physikalische Eigenschaften eines Lebensmittels. Die verschiedenen Tests lassen sich wie folgt gliedern:

- **Grundlegende oder quantitative Methoden:** exakt definierte rheologische Größen,
- **Empirische oder qualitative Methoden:** Messungen, die keine direkte Ableitung rheologisch exakt definierter Größen erlaubt,
- **Imitationsmethoden:** empirische Methoden, die mittels Kopieren der Testbedingungen eines sensorischen Prüfungsvorgangs durchgeführt werden. Die bekannteste Texturprüfmethode ist die instrumentelle Texturprofilanalyse, die parallel zur sensorischen Texturprofilanalyse entwickelt wurde.

Die instrumentelle Texturprofilanalyse (iTPA) ist eine Zwei-Biß-Methode. Dafür wird die Kraft, die ein Stempel benötigt, um eine vorher definierte Strecke (bzw. Penetrationszeit) zurückzulegen, in einem Kraft-Weg-Diagramm aufgezeichnet. Die Auswertung der instrumentellen Meßmethode stützt sich in der Praxis z.B. auf rein statistische Korrelationen der instrumentellen und sensorischen Daten, wobei die Forderung nach gleichen Deformationsbedingungen in beiden Tests bei der Methodenentwicklung erfüllt sein muß.

Zur instrumentellen Beurteilung von Kaugummidragees^[121] gibt es Firmenempfehlungen, bei denen Schneidwerkzeuge zur Erfassung der ‚Crispness‘ zum Einsatz kommen. Wird der ‚Crunch‘ ermittelt, wird ein zylindrischer Stempel verwendet. Vickers^[122] stellte fest, daß Lebensmittel mit hohen Knuspergeräuschen (‚Crispness‘) mit Schneidezähnen - also mit dünnen Auflageflächen – untersucht werden sollten. Die Ermittlung des Crunchs sollte durch die Backenzähne (größeren Druckflächen) erfolgen.

3.5 Effekte in Phasengrenzen beim Dragierprozeß

Dragierlösungen und -suspensionen müssen den verfahrenstechnischen Anforderungen individuell angepaßt werden. Sie sollen nach dem Aufsprühen rasch und gleichmäßig auf dem Dragiergut verteilt werden. Verantwortlich für dieses Verhalten ist neben den rheologischen Eigenschaften die Grenzflächenspannung des flüssigen Mediums und die Benetzbarkeit der Kernoberfläche. Eine gute Benetzung des Kerns ist Voraussetzung für eine gute Haftung der Decke. Dies kann durch Zugabe grenzflächenaktiver Stoffe und/oder durch Erwärmen der Flüssigkeit erzielt werden. Zusätzlichen Einfluß hat die Grenzflächenspannung auf die Kristallisationseigenschaften des gelösten Polyols.

3.5.1 Thermodynamik der Phasengrenzen

Die Phasengrenze ist die Angrenzung einer Volumenphase an eine andere Phase, wobei es sich dabei um Stoffe unterschiedlichen oder gleichen Aggregatzustands handeln kann. Die Ursachen der Phänomene an Phasengrenzen sind in den energetischen Besonderheiten zu finden, die aus der abrupten Strukturänderung an der Phasengrenze resultieren. An der Phasengrenzfläche entsteht

freie Grenzflächenenergie aus den unkompensierten Kräften der Moleküle oder Teilchen in dieser Grenzschicht, dargestellt durch verschieden lange Verbindungsachsen in Abb. 3-12.

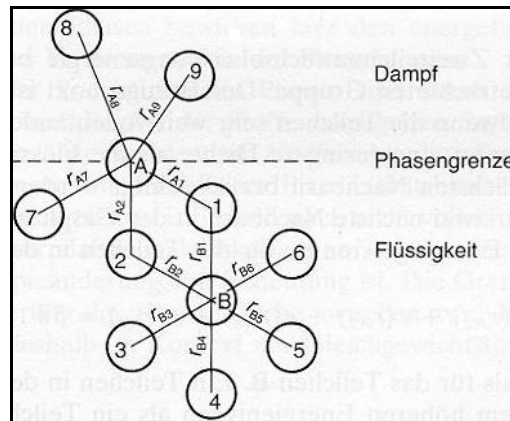


Abb. 3-12: Phasengrenze Flüssigkeit/Dampf^[107]. Anordnung der nächsten Nachbarn für ein Teilchen A in der Phasengrenze und ein Teilchen B im Volumen der Flüssigkeit.

Um ein Teilchen aus dem Volumeninneren an die Phasengrenze zu bringen, muß Arbeit geleistet werden. Für die Grenzflächenarbeit w_A , die für die Vergrößerung der Kontaktfläche zwischen zwei Phasen aufgebracht werden muß, ist laut der Thermodynamik in makroskopischen Systemen neben der Energiebilanz auch die Entropieänderung von Bedeutung. Die Grenzflächeneffekte können mathematisch ausgedrückt werden, wodurch die Arbeit für die Veränderung der Größe der Phasengrenze angegeben werden kann. Diese Grenzflächenarbeit w_A ist der Größe der Flächenänderung ΔA proportional.

$$dw_A = \sigma \cdot dA \quad (Gl. 11)$$

Der Proportionalitätskoeffizient σ [N/m] ist eine intensive Größe und wird als Grenzflächenspannung bezeichnet. Die Grenzflächenspannung^[123] ist der wichtigste thermodynamische Parameter zur Charakterisierung von Phasengrenzen. Sie gibt die Arbeit an, die zur Bildung von 1 m² Grenzfläche benötigt wird. Sie wird auch als *spezifische Oberflächenenergie*^[110] bezeichnet. Der Wert der Grenzflächenspannung wird durch die stoffliche Zusammensetzung der beiden benachbarten Phasen bestimmt. Die wichtigsten thermodynamischen Einflußgrößen auf die Grenzflächenspannung sind die Temperatur, die Konzentration in der Mischphase und der Druck^[107].

Im wissenschaftlichen Sprachgebrauch findet auch der Begriff Oberflächenspannung für eine Phasengrenze zwischen einer kondensierten Phase und einem Gas Verwendung. Je stärker die zwischenmolekularen Kräfte im Innern der kondensierten Phase sind, desto größer ist die Oberflächenspannung. Die Oberflächenspannung einer Flüssigkeit ist kleiner als die derselben Substanz in kristalliner Form^[124].

Die Oberflächenspannung der Flüssigkeit verringert sich mit Erhöhung der Temperatur. Für viele Flüssigkeiten bewirkt ein Temperaturanstieg von 1 K eine Abnahme der Oberflächenspannung von

10^{-5} bis 10^{-4} N/m. Diese Tendenz setzt sich bis zum kritischen Punkt fort, an dem die Oberflächenspannung null wird^[107].

In vielen praktischen Situationen, wie der Benetzung von Kakaopulver mit Milch, Farbanstrich, Benetzung von Heizflächen, ist die Tropfenoberfläche gekrümmt, wodurch sich die Bedingungen für das thermodynamische Gleichgewicht zwischen den Phasen an der Phasengrenze ändern. Die Geometrie der Wechselwirkungen eines Teilchens in der Phasengrenzschicht (vgl. Abb. 3-12) wird verändert. Es entsteht ein zusätzlicher Druck, der senkrecht zur Oberfläche ins Innere der Phase mit der nach außen gekrümmten Oberfläche gerichtet ist. Der Druck im Innern einer Blase ist immer größer als in der kondensierten Phase. Dieser Druck Δp wird als kapillarer Krümmungsdruck p_K bezeichnet und kann mittels der YOUNG-LAPLACE – Gleichung^[125] (Gl. 12) berechnet werden.

$$\Delta p = p_K = \sigma \left(\frac{1}{r_1} + \frac{1}{r_2} \right) \quad (\text{Gl. 12})$$

r_1 und r_2 sind die Radien der Krümmung. Für eine Kugeloberfläche ist $r_1 = r_2$ und die Gleichung vereinfacht sich zu

$$\Delta p = \frac{2\sigma}{r} \quad (\text{Gl. 13})$$

Das Ausmaß der Oberflächenspannungsveränderungen bei kleinen Tropfen ist bedeutend für die Kondensation oder Kristallisation in übersättigten Systemen^[125].

3.5.2 Experimentelle Bestimmung der Oberflächenspannung

Die Methoden zur Messung der Oberflächenspannung beruhen entweder auf der Untersuchung des Kräftegleichgewichts zwischen der Oberflächenkraft und anderen mechanischen Kräften oder auf der Beobachtung dynamischer Erscheinungen an der Oberfläche, wie z.B. Oberflächenwellen. Danach kann zwischen statischen und dynamischen Methoden unterschieden werden. Zur Messung der Oberflächenspannung von Flüssigkeiten existiert eine Reihe von Standardverfahren, für die z.T. kommerzielle Geräte verfügbar sind wie die *Wilhelmy*- und *de Noüy*-Methode, die kapillare Steighöhenmethode u.a. Die Vor- und Nachteile der verschiedenen Verfahren sowie die erforderlichen Korrekturen werden in Lehrbüchern^[107, 124, 126, 127] ausführlich dargestellt. Für viskose Fluide ist die Pendant Drop-Methode eine geeignete Methode. Ihr Prinzip ist die Bestimmung des Profils eines an einer Kapillare hängenden und sich im Gleichgewicht befindenden Tropfens (Abb. 3-13), aus dem sich mittels verschiedener Näherungsverfahren die Oberflächen- bzw. Grenzflächenspannung ermitteln läßt.

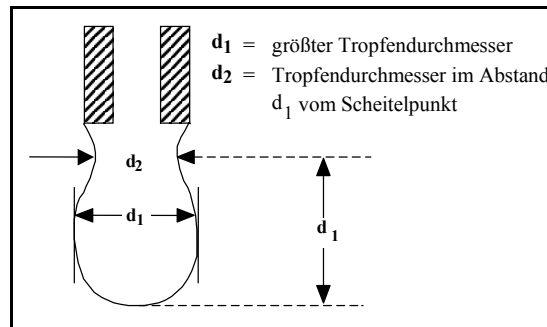


Abb. 3-13: Am Kapillaraustritt hängender Tropfen^[125]

Moderne Verfahren der Videobildigitalisierung lösen die früher üblichen fotografischen Aufnahmen des Tropfenprofils ab und ermöglichen eine deutliche Reduzierung des Meßaufwands.

3.5.3 Beeinflussung der Phasengrenze durch grenzflächenaktive Stoffe

Grenzflächenaktive Stoffe sind Substanzen, durch deren Zusatz die Flüssigkeit eine Verringerung der Oberflächenspannung erfährt. Führen bereits geringe Mengen des Stoffes zu einer drastischen Verringerung der Oberflächenspannung, wird von einem Tensid gesprochen. Messungen von Oberflächenspannungen erfordern deshalb sorgfältige Reinigungsverfahren aller Geräte und Meßinstrumente. Der Grund für die besonders starke Adsorption der Tensidmoleküle in den Grenzflächen ist in ihrer chemischen Struktur zu suchen. Tenside sind amphiphile Substanzen, d.h. die Moleküle haben eine hydrophile und hydrophobe Gruppe (Abb. 3-14).

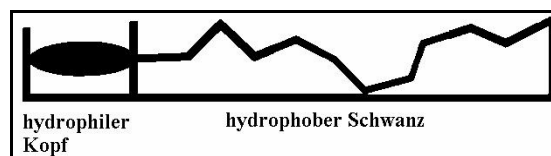


Abb. 3-14: Grundstruktur eines grenzflächenaktiven Stoffes^[128]

In der Lebensmittelindustrie werden Tenside bei Benetzung lipophiler Oberflächen und vor allem zur Stabilisierung von Dispersionen aller Art, z.B. Speiseeis, Schokolade, Gebäck u.a. eingesetzt. Zur Verwendung^[128] kommen natürlich vorkommende grenzflächenaktive Stoffe, wie Proteine, Glykolipide und synthetische, wie Mono-, Diacylglyceride, Saccharosefettsäureester, Sorbitanfettsäureester (SPAN[®]) und Polyoxyethylen-Sorbitanfettsäureester (TWEEN[®])^[129].

3.5.4 Benetzung fester Oberflächen

Bei Verarbeitungsvorgängen mit Beschichtungen wie beim Dragieren, spielt die Benetzung der Oberfläche des Kaugummikerns durch das Fluid eine große Rolle. Die Benetzung eines Festkörpers läßt sich durch den Kontaktwinkel θ , den die Flüssigkeit bildet, beschreiben (Abb. 3-15). Dabei bedeutet ein Kontaktwinkel von 0 ° Grad vollständige Benetzung. Es wird dann vom vollständigen Zerfließen (Spreiten) der Flüssigkeit auf dem Festkörper gesprochen. Je größer der Kontaktwinkel ist, desto schlechter ist die Benetzung.

Im Kräftegleichgewicht einer nicht zerfließenden Flüssigkeit auf einer Festkörperoberfläche gilt die YOUNGsche – Gleichung^[125],

$$\sigma_s = \sigma_l \cdot \cos \Theta + \gamma_{sl} \quad (Gl. 14)$$

wenn die Festkörperoberfläche durch den Flüssigkeitstropfen nicht deformiert wird und somit der Winkel $\beta_1 = 180^\circ$ beträgt.

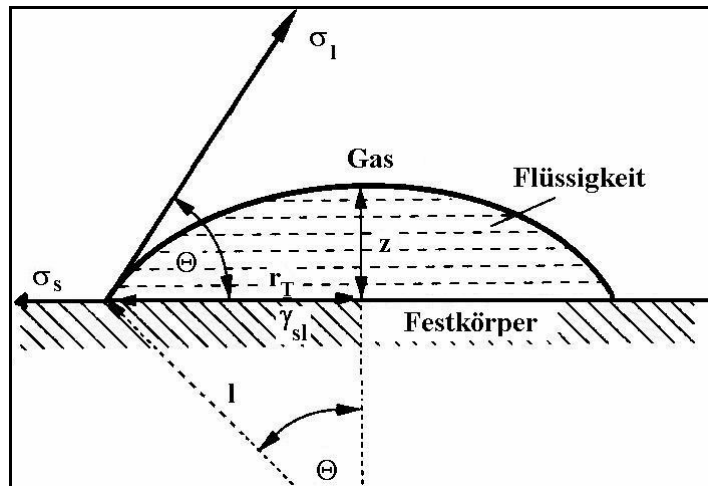


Abb. 3-15: Flüssigkeitstropfen als Kugelsegment. σ_l Oberflächenspannung der Flüssigkeit, Θ Randwinkel, z Tropfenhöhe, r_T Tropfenradius, l Kugelradius.

Θ ist der an der Flüssigkeit zu messende Winkel, der als Randwinkel bezeichnet wird. Eine weit verbreitete Methode der Randwinkelmessung ist die Sessile-Drop-Methode. Bei $\Theta < 90^\circ$ benetzt die Flüssigkeit den Festkörper. Bei Winkeln $\Theta > 90^\circ$ ist der Festkörper durch die Flüssigkeit nicht gut benetzbar^[107].

3.6 Herkunft der untersuchten Medien

Die Betrachtung der existierenden Literatur bezüglich der erwähnten Polyole Maltit, Isomalt, Sorbit, Xylit, der Dragiertechnologie und dem Zusammenspiel beider Komponenten wurden Dragiermedien für die Untersuchungen ausgewählt, die entweder direkt Verwendung in der Praxis finden, oder stark an vorhandene Rezepturen angepaßt sind. Diese Vorgaben beziehen sich auf die Modellsysteme, die wie in praktischer Anwendung gesättigt oder übersättigt sind. Als Regel wurde aufgestellt, daß die Übersättigung bzw. der Feststoffgehalt direkt über die Löslichkeit des jeweiligen Zuckeralkohols berechnet wird, weil über die metastabilen bzw. instabilen Zonen der Zuckeralkohole im Gegensatz zur Saccharose nicht viele Daten existieren

4 Material und Methoden

4.1 Material

4.1.1 Rohstoffe

Im Rahmen dieser Arbeit werden Lösungen und Suspensionen aus reinen Mono- und Disaccharidalkoholen auf ihre physikalischen Eigenschaften untersucht. Ein weiterer Forschungsaspekt ist der Einfluß von unterschiedlichen Zusatzstoffen auf das Verhalten von Suspensionen. Schwerpunkte der Untersuchungen sind zwei Varianten des Isomalts (s. S. 20) Isomalt ST und Isomalt GS. Ergänzt wird diese Untersuchung durch die dritte Variante Isomalt GM, die zu ca. 20 % aus der Komponente GPS und zu ca. 80 % aus GPM besteht. Für die Herstellung der unter- oder gesättigten Lösungen wird das grobkörnige Handelsprodukt Typ M verwendet. Die Partikel der Suspensionen werden aus dem jeweiligen Pulver Typ PF gebildet. Laut Spezifikation des pulverfeinen Isomalt Typs PF ist gesichert, daß 90 % des Pulveranteils < 100 µm groß ist.

Weiterhin werden Maltit (Maltisorb; P 200; Fa. CERESTAR), Xylit (Xylisorb, P 200, Fa. ROQUETTE) und Sorbit (Karion Pulver, Fa. MERCK) verwendet. Für viele Untersuchungen wird Saccharose (RRF, Fa. SÜDZUCKER AG) als Referenzsubstanz verwendet. Die Sättigungs- und Übersättigungskonzentrationen der Rohstoffe sind im Anhang (Tab. 12-1 bis 12-3, S. LI) zu finden. Des weiteren sind folgende Zusatzstoffe zum Einsatz gekommen (Tab. 4-1):

Tab. 4-1: Übersicht verwendeter Zusatzstoffe mit Konzentrationsangaben c

Zusatzstoff	Abk.	Handelsname	Bezugsquelle	c auf TS Polyols [%]	
				min.	max.
Natriumcarboxymethylcellulose	CMC	Blanose® 7 MF	HERCULES	0,75	1,5
Gummi arabicum	Ga	Quick Gum	WOLF & OLSEN	1	5
Methylcellulose	MC	Benecel®	HERCULES	1	3
modifizierte Stärke	mod. St.	Crystal Gum®	NATIONAL STARCH & CHEMICAL	2	10
Titandioxid	TiO ₂	TiO ₂	KRONOS	0,5	1
Polyoxyethylen (20)-sorbitan-polysorbat-60-monostearat	TW 60	TWEEN 60	MERCK	0,33	1
Xanthan	Xa	Keltrol®	MONSANTO	0,05	0,25
Zuckerester	Sp 70	Sisterna SP 70	SISTERNA	0,05	3

4.1.2 Probenmaterial für die Messung der Benetzung von Oberflächen

Es finden Kontaktwinkelmessungen an vier verschiedenen handelsüblichen Kernrohlingen statt, die mit KI bis KIV bezeichnet sind.

Durch unterschiedliche Vorbehandlungen werden, exemplarisch mit dem Kern KIII, einzelne Verfahrensschritte des Prozesses simuliert. Untersucht wird das Ausbreiten des Wassertropfens (repräsentativ für das Dragiermedium) auf entstaubten und glatt geschliffenen, mit Wasser abgewaschenen und hydrophobierten Oberflächen (Tab. 12-4, Anh. S. LII).

4.2 Präparation

4.2.1 Präparation von Modelllösungen und –suspensionen

Für die verwendeten Meßmethoden werden unterschiedliche Probenmengen gebraucht. Im Folgenden wird die chronologische Abfolge der Herstellung dieser Systeme beschrieben.

Die Modellmedien werden in einem Doppelmantelreaktor (Fa. SCHOTT) zubereitet. Je nach benötigter Probenmenge wird ein 2000 ml, 1000 ml oder 250 ml Doppelmantelreaktor mit einem Auslaufventil verwendet. Die Ansätze werden mit vollentsalztem Wasser (VE-Wasser) hergestellt. Die Temperatur der Flüssigkeit muß 10 bis 15 K über der Sättigungstemperatur des vorliegenden Polyols eingestellt werden. Am Reaktordeckel befinden sich Öffnungen für eine Blattrührerwelle, einen Temperaturfühler (Pt 100) und einen Einfüllstutzen. Bei der Befüllung des Reaktors werden die an der Wand haftenden Pulverreste mit dem restlichen destillierten Wasser abgespült.

Generell werden 1 l Ansätze in einem 2 l Reaktor (DN 60) vorbereitet. Für die rheologische Untersuchungen werden 1 l bzw. 200 ml Probenansätze hergestellt. Die 200 ml Probenmengen werden in einem 250 ml Doppelmantelreaktor temperiert.

Zur Herstellung von reinen Zuckeralkohollösungen wird die gesamte Menge des Zuckeralkohols aufgelöst und anschließend auf die gewünschte Sättigungstemperatur abgekühlt. Zur Herstellung von reinen Modellsuspensionen ohne Zusatzstoffe wird der Feststoffanteil nach einer halbstündigen Temperaturhaltezeit bei der Sättigungstemperatur hinzugefügt. Nach einer halben Stunde Homogenisieren bei 250 min^{-1} kann die erste Probe entnommen werden. Werden Zusatzstoffe verwendet, werden sie je nach Gebrauchsanweisung mit der ersten Portion der aufzulösenden Menge des Zuckeralkohols in das warme Wasser gegeben. Fluide Stoffe werden mit dem Wasser zusammen erwärmt.

Für die Herstellung aller Lösungen muß von den Zuckeralkoholen und von Zusatzstoffen der Wassergehalt bestimmt werden, um mit einem wirklich gesättigten System arbeiten zu können. Der Wassergehalt wird mit der Karl-Fischer-Titration bestimmt. Die Endkonzentration von den Ansätzen und die Überprüfung der Konzentration vor der Feststoffzugabe wird mit Hilfe des Präzisionsrefraktometers *DUR-SW* der Fa. SCHMIDT+HAENSCH ermittelt. Zusätzlich wurde die Dichte aller Systeme (Lösungen und Suspensionen) mit dem Biegeschwinger *DMA 58* der Fa. PAAR PHYSICA ermittelt. Die Kalibrierung wurde mit destilliertem Wasser und einer 60 %igen Saccharoselösung durchgeführt. Die Genauigkeit, entsprechende Kalibrierung vorausgesetzt, beträgt $\pm 1 \cdot 10^{-5} \text{ g/cm}^3$.

4.2.2 Präparation des Dragiermediums

Die Dragiermedien werden in einem Edelstahlkochtopf ($V = 14 \text{ l}$) zubereitet. Die Zubereitung sollte für die reproduzierbare Herstellung von Dragiermedien schematisiert, aber separat definiert für

Lösung und Suspension, durchgeführt werden. Als erstes wird die benötigte Menge VE-Wasser erhitzt (70 °C bei Isomalt GS-Rezepturen und 80 °C bei Isomalt ST-Rezepturen). Die zu lösende Menge Zuckeralkohol, vermischt mit eventuell verwendeten (festen) Zusätzen, wie z.B. Gummi arabicum, Methylcellulose u.a., wird hinzugefügt. Bei der Herstellung einer Lösung wird die gesamte Polyolmenge portionsweise eingestreut und gelöst. Unter permanenter Agitation mit einem Propellerrührer bei max. 250 min⁻¹, angetrieben mit einem Rührwerk *Eurostar* der Fa. IKA, kühlt die Mischung bis auf 5-7 K > Arbeitstemperatur (T_A) ab. Bei der Suspensionsherstellung wird das Pulver (disperse Phase) portionsweise hinzugefügt. Vor dieser Dosage muß die Heizplatte ausgeschaltet werden, damit nicht zu viel vom eingestreuten Feststoff ebenfalls in Lösung geht. Die Abkühlung des Systems auf die Arbeitstemperatur wird durch die Lösungsenthalpie des Feststoffs unterstützt. Die Temperatur wird mit einem Einstech-Pt 100 der Fa. TESTOTHERM kontrolliert. Die Suspension hat eine gelblich-milchige Farbe, wohingegen die Lösung klar-gelblich ist. Es muß bei der Suspension darauf geachtet werden, daß sie frei von Polyolkumpen ist. Zum Schluß wird das Pigment bzw. der Farbstoff eingerührt. Nach vollständiger Dispergierung des Farbstoffs wird das Dragiermedium in den vorgeheizten Vorlagebehälter des Coaters über ein Sieb überführt. Anschließend folgt die Kalibrierung der Dosiereinrichtung des Coaters.

4.3 Methoden zur granulometrischen Untersuchung von Suspensionen

4.3.1 Stabilitätsanalytik disperser Systeme mit einer Lichtstreuermessmethode

Zur Ermittlung der Entmischungskinetik der für Dragierungen verwendeten dispersen Systeme wird der *Turbiscan MA 2000* der Fa. FORMULACTION^[130] (Abb. 4-1) verwendet. Die Veränderungen werden über die gesamte Probenhöhe erfaßt. (Durchmesser: 12 mm, Länge: 140 mm; Probenhöhe: 50 mm). Da es sich hier ausschließlich um blickdichte Proben handelt, werden für die Auswertung hauptsächlich die Daten der Rückstreuung (BS, back scattering) verarbeitet. Eine zylindrische Probenküvette wird von einer Lichtquelle (Infrarotdiode, 850 nm) von oben nach unten gescannt, während zwei Detektoren synchron das transmittierte und das rückgestreute Licht aufnehmen. Aus den örtlichen (Datenaufnahmerate: im Abstand von 40 µm) und zeitlichen Änderungen (jede Minute) von Rückstreuung und Transmission (TR, transmission) werden Informationen über die Veränderung der Teilchengröße (Aggregation, Flockung, Koaleszenz) der Sedimentation und der Flotation in der Probe gewonnen.

Es werden disperse Systeme unterschiedlicher Konzentration in verschiedenen Temperaturbereichen (25 °C, 30 °C und 40 °C) untersucht. Im Abstand von einer halben Stunde nach der Feststoffzugabe während eines Zeitraums von 3,5 h (maximal 5 h) wird eine Probe genommen und gescannt. Es werden Isomalt ST-, Isomalt GS- und Isomalt GM-Suspensionen miteinander verglichen, wobei sie auch z.T. mit Zusätzen versehen werden. Die Rezepturen der Modellsuspensionen können im Anhang (Tab. 12-5, Anh. S. LII) nachgeschlagen werden. Der *Turbiscan* kann nur

bis zu einer Temperatur von 40 °C, in einem Wärmeschrank aufgestellt, betrieben werden. Daher mußten Modell-Systeme erzeugt werden, aus denen weitere Rückschlüsse gezogen werden können.

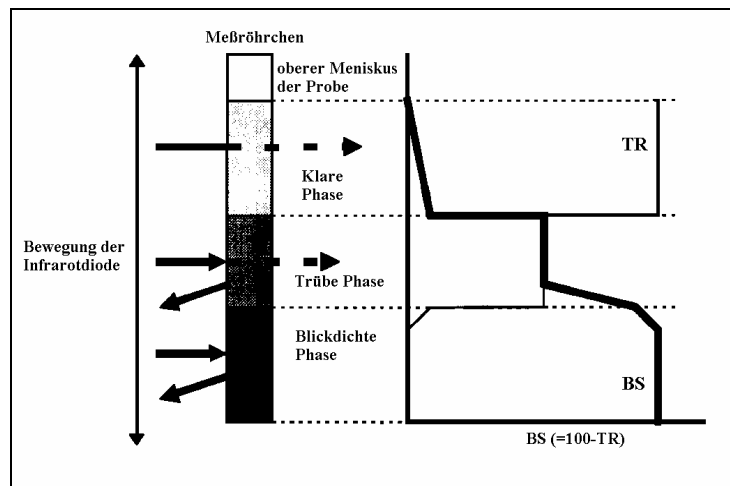


Abb. 4-1: Schematische Darstellung des Turbiscans^[130]

4.3.2 Bestimmung der Partikelgrößenverteilung

Die Partikelgrößenverteilung wird mit einem Laserbeugungsmeßgerät *LA-300* der Fa. HORIBA untersucht. Der Meßbereich des Laserbeugungsgerätes reicht von 0,1 bis 600 µm des Partikeldurchmessers. Mit einer einzigen Messung wird der gesamte Partikelgrößenbereich abgetastet.

Die Erfassung sehr kleiner Partikel ist mit diesem Modell möglich, weil nicht nur ein Detektor die Vorwärtstreuung mißt, sondern sechs zusätzliche Photodioden die breit- und rückstreuenden Strahlen erfassen (Abb. 4-2).

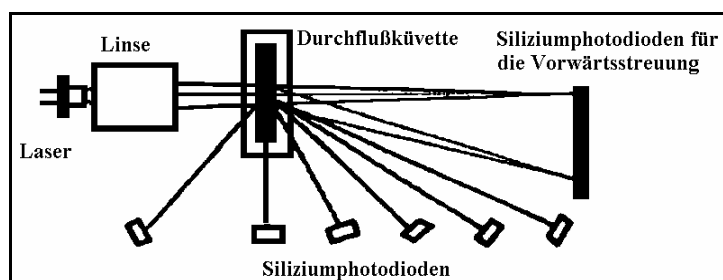


Abb. 4-2: Schematische Darstellung des optischen Systems *LA-300*^[131]

Für die Berechnung der Verteilung muß ein Brechungsindex des Festkörpers eingegeben werden. Verwendet wird der Index von Saccharose (1,20).

4.3.3 Durchführung der Partikelgrößenmessung

Von technischer Bedeutung sind zwar Lösungen und Suspensionen ab einer Temperatur von ca. 40 °C, doch der apparative Aufbau läßt nur Messungen bis 40 °C zu. Isomalt ST- und Isomalt GS-Suspensionen werden bei 40 °C auf ihre Partikelgrößenverteilung und deren Änderung innerhalb von 3,5 h entsprechend der gebräuchlichen Dragierzeit untersucht. Es werden 0,2 ml der Suspension entnommen und mit ca. 200 ml gesättigter Dispergierlösung in einem 250 ml Doppelmantelreaktor mit Auslauf vermischt. Bei 100 min⁻¹ werden die Partikel 1 Minute lang gleichmäßig verteilt.

Die Dispergierlösung ist eine bei entsprechender Versuchstemperatur gesättigte Lösung aus der jeweiligen Hauptkomponente (Isomalt ST oder Isomalt GS). Die Dispergierlösungen müssen frisch verarbeitet werden, weil sie nicht stabil gelagert werden können (Bodensatzbildung).

Der 250 ml Doppelmantelreaktor wird an einem Stativ ca. einen halben Meter über dem Meßgerät *LA-300* arretiert. Ein auf 30 °C bzw. 40 °C beheizter isolierter Silikonschlauch verbindet den Probenauslauf des Reaktors mit dem Probeneingang des Meßgeräts. Mit gleichbleibender Geschwindigkeit fließt die Probe durch die Durchflußküvette des *LA-300*. Die Meßküvette wird ebenfalls beheizt. Nach Blindwertmessungen des Dispergiermittels wird bei gleichbleibenden Signalen die Meßsequenz gestartet (3 bis 6 Meßwiederholungen).

Die erste Probe wird eine halbe Stunde nach Zugabe der Partikel gezogen. Weitere Proben (3x) erfolgen im Abstand von 1 h. Die Rezepturangaben sind im Anhang in Tab. 12-6 und 12-7 (Anh. S. LIII) enthalten.

4.4 Bestimmung der rheologischen Kennwerte von Lösungen und Suspensionen

4.4.1 Untersuchungen an gesättigten, 30 %igen und 60 %igen Lösungen

Dünneflüssige (0,1–800 mm²/s) NEWTONsche Systeme werden mit Kapillarviskosimetern vom Typ *Mikro-Ubbelohde* (Fa. SCHOTT) untersucht. Bei diesem Kapillarviskosimeter ist die untersuchte Flüssigkeit nur der wirkenden Schwerkraft ausgesetzt. Zur Messung mit Viskosimetern der Bauart *Ubbelohde* muß die Zeit Δt bestimmt werden, die ein bestimmtes Flüssigkeitsvolumen benötigt, um durch die Kapillare zu fließen oder in der der Flüssigkeitsmeniskus im Vorlaufbehälter zwischen zwei Markierungen abfällt. Technische Daten der verwendeten Viskosimeter sind in Tab. 4-2 zusammengefaßt.

Tab. 4-2: Technische Daten der verwendeten *Mikro-Ubbelohden*^[132]

Ubbelohde-Viskosimeter	I c	II	II c	III
Kapillare d_i [mm]	0,53	0,7	0,95	1,26
Meßbereich [mm ² /s]	1,2 – 18	4 – 60	12 – 180	40 – 800
Konstante	0,03	0,1	0,3	1,0

Bestimmt wird die kinematische Viskosität ν nach Gl. 15, wobei z.T. die Hagenbach-Korrektur^[133] (t') berücksichtigt werden muß:

$$\nu = K_4 \cdot (t - t') \quad (\text{Gl. 15})$$

Die Dichte ρ der Substanz ist ein zusätzlicher, wichtiger Parameter. Die kinematische Viskosität ν und dynamische Viskosität η haben folgenden Zusammenhang:

$$\nu = \frac{\eta}{\rho} \quad (\text{Gl. 16})$$

Vor der eigentlichen Messung wird die Kapillare mit der zu vermessenden Lösung vorgespült. Die Temperierung der Probe in der Kapillare (per Wasserbad) dauert 10 min. Es werden 5 Wiederholungsmessungen durchgeführt.

Die Überprüfung der Genauigkeit dieses Verfahrens wird durch das Vermessen von Saccharoselösungen gewährleistet. Diese Überprüfung führt zu maximalen Abweichungen von 5 % bei 70 °C und zu ca. 1 % Abweichungen bei Temperaturen ≤ 55 °C. Der Vergleich wurde mit den Daten des zuckerwirtschaftlichen Taschenbuchs^[134] durchgeführt.

4.4.2 Untersuchung der dynamischen Viskosität von abkühlenden Dragierlösungen

Die dynamische Viskosität von kolloidalen Lösungen im Ruhezustand wird mit dem Rheometer *PHYSICA-RHEOSWING RSD 1-1* der Fa. PHYSICA gemessen. Die Messung wird über die Dämpfung eines mechanischen Schwingers, der bei einer Eigenfrequenz angeregt wird und in die zu messende Flüssigkeit eintaucht, indirekt gemessen. Die Sonde führt dabei Torsionsschwingungen im Nanometerbereich aus und bewirkt in der Flüssigkeit die Ausbildung einer dünnen Grenzschicht. Ein Vergleich der Dämpfung durch die Flüssigkeit mit der ursprünglichen Dämpfung in der Luft ergibt eine bequeme Möglichkeit, die Viskosität für unterschiedliche, blasen- und partikelfreie Materialien schnell und exakt zu bestimmen.

Es werden fünf Dragiermedien bestehend aus Isomalt ST (TS = 65 %), Isomalt GS (TS = 65 % und 70 %) und Maltit (TS = 65 % und 70 %) mit jeweils 2 % Gummi arabicum versetzt. Zur Berechnung des Viskositätsverlaufs während des gesamten Temperaturintervalls wird eine Durchschnittsdichte, gemessen bei 40 °C und 70 °C, angenommen. Die Abkühlung findet bei Raumtemperatur ($20\text{ °C} < T < 25\text{ °C}$) statt.

4.4.3 Spann- und Oszillationsversuche zur Charakterisierung von dispersen Systemen

Im Rahmen der statistischen Versuchsplanung und zur ausführlichen Untersuchung von gängigen Dragierformulierungen werden mit dem Rheometer *PHYSICA UDS 200* der Fa. PHYSICA (Searle-Prinzip) Messungen durchgeführt (Tab. 12-8, Anh. S. LIII). Dieses High-tech Rheometer besitzt ein luftgelagertes Meßmotor-Drehgebersystem und erlaubt damit hoch präzise Messungen im untersten Drehmoment- bzw. Schubspannungsbereich.

Sowohl die Spann- als auch die Oszillationsversuche werden mit der Standard-Zylinder-Anordnung Z1 DIN und Z3 DIN durchgeführt. Die Kühlrate wird durch die unterschiedlichen Materialien beeinflusst (Tab. 4-3).

In der ersten Untersuchungsphase werden die Medien mittels Spannversuchen hinsichtlich ihrer komplexen rheologischen Eigenschaften (NEWTONsche oder nicht-NEWTONsche Flüssigkeit) bei der jeweiligen Arbeitstemperatur untersucht. Es werden charakteristische Viskositätsfunktionen sowie die Zeitabhängigkeit ermittelt.

- **Vorgaben der Spannversuche:** 5 Abschnitte; Dauer 1 min; Scherbereich: $0,1 \text{ s}^{-1}$ bis 1000 s^{-1} ; Temperatur: Arbeitstemperatur (T_A);
- **Regression** der Daten der Rücklaufkurve Punkt 8 ... 30 ($\dot{\gamma} \leq 100 \text{ s}^{-1}$);
- **Vorgaben der Oszillationsmessungen:** Frequenz $f = 1 \text{ Hz}$; Deformation 10^{-3} ; Temperaturbereich: $T_A + 10 \text{ K}$ erwärmt und auf ca. 10 °C abgekühlt.

Tab. 4-3: Technische Spezifikation der Zylindersysteme Z1 DIN und Z3 DIN nach DIN 53 019 und DIN 54 453

Meßsystem	Z1 DIN	Z3 DIN
Scherratenbereich [s^{-1}]	0 ... 4,031	0 ... 1,032
Schubspannungsbereich [Pa]	0 ... 67	0 ... 1,141
Viskositätsbereich [Pas]	0,001 ... 1,3	0,118 ... 100
Füllmenge [ml]	22	17
Material	massive Edelstahlausführung	MgSiAl - Legierung
Kühlrate [K/min]	0,8	1,0

4.5 Methoden zur Untersuchung von Phasengrenzen

Für den Dragierprozeß ist nicht nur die Ausbreitung der Flüssigkeit auf dem Dragiergut von Bedeutung, sondern auch die Benetzbarkeit der Kernoberfläche. Da beide Effekte mit ein und demselben Gerät untersucht werden sollen, wird ein universal verwendbares System benutzt.

4.5.1 Aufbau des optischen Kontaktwinkelmeßgeräts OCA 15

Das optische Kontaktwinkelmeßgerät *OCA 15* der Fa. DATA PHYSICS (Abb. 4-3) wird zur Charakterisierung von Oberflächen und Fluiden verwendet. Für beide Verfahren Pendant Drop-Methode (Oberflächenspannung) und Sessile Drop-Methode (Kontaktwinkel und Benetzbarkeit der Oberfläche), wird die Konturanalyse verwendet. Bei der Pendant Drop-Methode wird die Kontur eines an einer Kanüle hängenden Tropfens und bei der Sessile Drop-Methode wird der Kontaktwinkel über die Kontur des auf der zu untersuchenden Oberfläche liegenden Tropfens erfaßt. Das Gerät^[135] besteht aus einem stabilen Grundgestell (Abb. 4-3), auf dem der Dosierstutzen, die Meßtischeinrichtung und die Objektivhalterung befestigt sind. Das Dosierjoch trägt das elektronische Spritzenmodul (ES/2), an dem die temperierbare Spritzenkammer befestigt ist.

Auf dem Meßtisch befindet sich bei Bedarf die Temperierkammer. Die Objektivhalterung ist mit einer einstellbaren Verkipfung versehen. Auf ihr ist die CCD-Videokamera (Auflösung 752×582 Pixel) sowie das Hochleistungs-, Sechsfach-Zoomobjektiv befestigt. Für eine homogene Hintergrundbeleuchtung sorgt eine Halogenbeleuchtung mit stufenlos einstellbarer, hysteresefreier Intensität.

Die Software erlaubt die Berechnung von Ober- und Grenzflächenspannungen, die per Bildanalyse der Tropfenkontur durchgeführt wird. Zur Überprüfung der Meßgenauigkeit wurde die Oberflächenspannung von bidestilliertem Wasser ermittelt. Die Abweichung gegenüber anderen Publikationsdaten^[136] betrug maximal 2,7 %. Das entspricht einer Oberflächenspannung von etwa $1,9 \text{ mN/m}$.

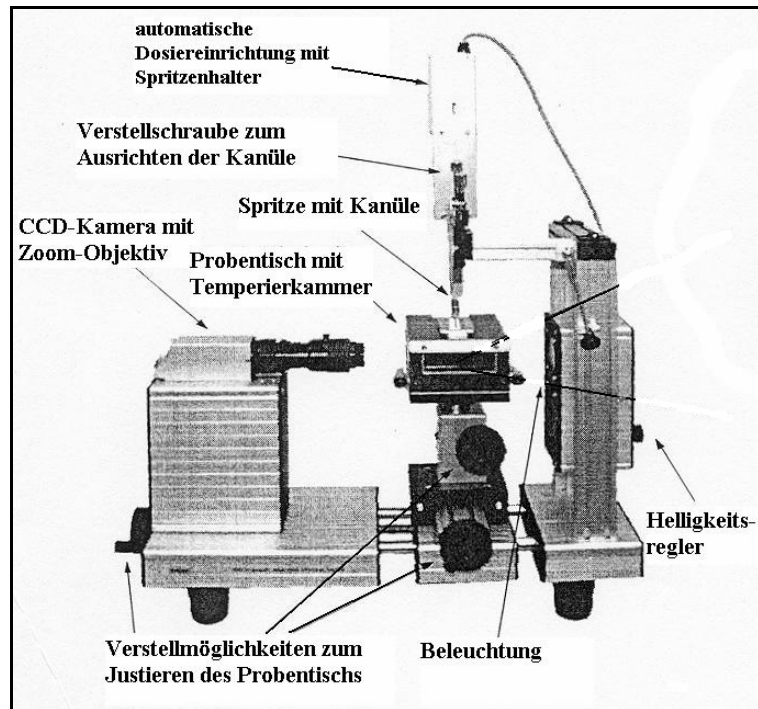


Abb. 4-3: Aufbau des Kontaktwinkelmessgeräts OCA 15 mit automatischer Dosierung^[135]

4.5.2 Meßmethodik an Phasengrenzen

4.5.2.1 Grenzflächenspannung zwischen Luft und Flüssigkeit (Pendant Drop-Methode)

Zur Messung wird die Probe in eine Spritze mit Kanüle (*Hamilton TLL-X-900*, W/S; 500 µl, $d_{\text{Kanüle}} = 1,65 \text{ mm}$) gegeben. Die Spritze wird in die automatische Dosiereinrichtung gespannt, mit der sich der Kolben der Spritze zur feinen Dosierung bewegen läßt. Die Kanüle wird in die Temperierkammer *TFC 100* direkt mittig vor dem Objektiv der CCD-Kamera positioniert. Alle statischen Messungen müssen immer mit der gleichen Vergrößerung und in gleicher Position des Tropfens durchgeführt werden. Aus diesem Grund wurde auf dem Monitor die Breite und das Ende der Kanüle markiert. Die Leuchtintensität darf nicht variieren. In der Temperierkammer wird mit Hilfe der automatischen Dosiereinrichtung die maximale Größe eines Tropfens erzeugt. Die Maximalausdehnung des Tropfens ist durch das Abreißen von den Kanülen begrenzt. Angestrebt ist ein Tropfenvolumen von 16-17 µl als definiertes Volumen.

Um Verdunstung oder Adsorption an der Tropfenoberfläche zu vermeiden, wurde das zu messende Fluid vorab unter atmosphärischem Druck in die Temperierkammer gegeben. Dadurch bildete sich um den Tropfen ein mit Wasserdampf gesättigter Raum aus. Die Temperatur in der Temperierkammer wird mit einem Pt 100 (*Modell 725*, Fa. TESTO) erfaßt. Um die Temperaturen von 55 °C und 70 °C im Kammerinneren halten zu können, muß neben der Wasserthermostatisierung zusätzlich eine Infrarotlampe (Fa. RELAX; *Infrared lamps RI 05*) eingesetzt werden. Zur besseren Auswertung wird die Kamera um 90 ° gedreht. Die Meßwertaufnahme erfolgt automatisch durch Software unterstützte Auswertung des digitalisierten Tropfenbilds. Voraussetzung für die Auswertung

ist die Eingabe des Kanüledurchmessers, der Schwerkraftkonstante g und der jeweiligen Dichtedifferenz zwischen Lösung und umgebender Phase. Die Schwerkraftkonstante wird mit $9,8066 \text{ m/s}^2$ angegeben. Fehler dieser Werte gehen einfach proportional in die Oberflächenspannungen ein. Die Dichte wird, wie eingangs erwähnt, mit einem Biegeschwinger (*DMA 58*, Fa. PAAR) ermittelt. Die Messung der Oberflächenspannung wird an neu gebildeten Tropfen über einen Zeitraum von maximal 5 min bzw. je nach Stabilität des Tropfens durchgeführt.

Untersucht werden gesättigte, übersättigte und partikelhaltige (10 bis 30 % Partikelanteil) Modell-Systeme der anfangs erwähnten Zuckeralkohole. Der Temperaturbereich erstreckt sich von 25°C bis 70°C mit $\Delta T = 15 \text{ K}$.

Der Einfluß von Zusatzstoffen auf die Grenzflächenspannung wird nur anhand von Isomalt ST-Suspensionen mit 10 % Feststoffgehalt bei 25°C , 50°C und 70°C untersucht.

GPM- und GPS-Suspensionen werden bei 50°C in Verbindung mit folgenden Zusatzstoffen untersucht: Gummi arabicum (*Ga*), Methylcellulose (*MC*), Zuckerester Sisterna SP 70 (*Sp 70*), TWEEN 60 (*TW 60*) und Xanthan (*Xa*).

4.5.2.2 Kontaktwinkelmessung auf Kaugummioberflächen (Sessile Drop-Methode)

Für die Durchführung von statischen Kontaktwinkelmessungen müssen die gleichen Einstellungen am Gerät beachtet werden, wie bei der Pendant Drop-Methode: gleichbleibende Vergrößerung, Position und Helligkeit.

Die Messung einer unbekannten Oberfläche wird mit Hilfe eines definierten Tropfenvolumens von ca. $3 \mu\text{l}$ durchgeführt. Dieses Volumen ist klein genug, um den Einfluß der Oberflächenkrümmung zu minimieren (Meßtemperatur 25°C).

Die Tropfenausbreitung auf den Oberflächen erfolgt sehr schnell, daher wird je Tropfen ein 1minütiger Videofilm aufgenommen. In der Retrospektive wird dieser Film in einzelne Bilder aufgeteilt. Die Bilder der ersten 10 s werden im Intervall von 200 ms gespeichert. Im weiteren Filmverlauf werden alle 2 s bis 5 s Bilder erfaßt. Für die Auswertung mittels der Ellipsenberechnungsformel muß lediglich der Kanüledurchmesser eingesetzt werden.

4.6 Meßverfahren zur Bestimmung der Eigenschaften von Kaugummikernen und Dragees

4.6.1 Methoden zur Bestimmung der Schichtdicke von Dragees

Die Schichtdicke/Deckenanteil bei Dragees kann auf unterschiedliche Weise ermittelt werden. Zum einen wird der Drageedeckenanteil während des Prozesses gravimetrisch erfaßt. Dazu wird das Durchschnittsgewicht von mindestens 10 Dragees mit einer Analysenwaage *Modell AC211S* der Fa. SARTORIUS erfaßt und über das Gewicht des Rohlings der Deckenanteil berechnet. Diese Methode ist gleichzeitig eine Prozeßkontrolle.

In einer weiteren Methode wird eine **Schiebelehre** mit digitaler Anzeige verwendet, mit der direkt die (doppelte) Schichtdicke ermittelt wird. Zur Bestimmung der Kaugummiform findet sie ebenfalls Verwendung. Es werden jeweils 10 Dragees ausgemessen.

Eine aufwendigere und exaktere Methode ist die Bestimmung der Dicke mittels **Stereolupe** der Fa. ZEISS bei einer 3,2- bzw. 2,5-fachen Vergrößerung. Vermessen werden sechs in Längsrichtung angeschnittene Dragees, wobei entlang der elliptischen Form 10 Werte abgelesen werden und ein Mittelwert gebildet wird.

Die Drageepräparation wird mit einem **Mikrotom RM 2035** der Fa. LEICA durchgeführt. Dabei wird das Dragee in den Probenhalter des Mikrotoms eingespannt und mit dem stählernen Schneidewerkzeug werden 70 - 40 µm dicke Schichten bis zur Kernmitte abgeschnitten. In Knetmasse gebettet wird das präparierte Dragee unter die Lupe gelegt.

4.6.2 Chemische und thermische Analysen

4.6.2.1 Wasserbestimmung mit Hilfe der Karl-Fischer-Methode

Es wird der Gehalt an Kristallwasser und Feuchtigkeit in % (g/100 g) ermittelt. Zur Erfassung der Feuchtigkeit in der **Kaugummimasse** muß die Drageedecke vollständig mit Hilfe eines Skalpells vom Kern entfernt werden. Der Kern wird möglichst klein geschnitten und ca. 6,5 g davon werden zur Extraktion des Wassers mit Methanol 48 h lang behandelt.

Zur Bestimmung des Wassergehalts der **Decke** wird mit Hilfe einer feinen Reibe die Drageedecke vom Kern abgeraspelt, wobei darauf geachtet werden muß, daß kein Partikel vom Kern abgehobelt wird. Je nach zu erwartetem Wassergehalt werden 0,2 g bis 1 g des feinen Deckenstaubs 12 h mit Methanol behandelt.

Zur Berechnung des Wassergehalts muß das Blindvolumen des Methanols titriert werden.

4.6.2.2 Bestimmung von Polyolen im Kern mit Hilfe der Gaschromatographie (GC)

Zur quantitativen Bestimmung von Polyolen in Kaugummi muß eine vollständige Extraktion der Analyten sichergestellt sein. Dies wird durch Erwärmen der Kaubase in Pyridin für ca. 1 h auf ca. 60 °C unter gelegentlichem Schütteln erreicht, wobei die Kaubase in kleinere Partikel zerfällt. Danach werden mittels O-Benzyl-hydroxylamin Hydrochlorid reduzierende Zucker zu den entsprechenden Oximen umgesetzt. Anschließend Überführung in die Trimethylsilyl-Derivate wird durch Zugabe eines Überschusses an N-Methyl-trimethylsilyl-trifluoracetamid (MSTFA) und weiteres Erwärmen auf 80 °C für 1 h bewirkt.

Je nach Art der Hauptkomponente in der Kaubase werden zwei verschiedene GC - Bedingungen angewendet (Tab. 12-9 und 12-10, Anh. S. LIV).

Die quantitative Auswertung erfolgt durch Vergleich der Peakflächen von Probe- und Referenzlösungen unter Verwendung von Phenyl- β -D-glucopyranosid als internem Standard, der zusammen mit der Kaugummiprobe bzw. den Standardsubstanzen eingewogen wird.

4.6.2.3 Identifizierung von Polyolen in der Drageedecke

Zur Erfassung des Polyolspektrums von Süßwaren, egal ob Hartkaramellen oder Kaugummidragees, wird die HPLC (high performance liquid chromatography) verwendet. Kaugummikerne werden speziell präpariert und mit Hilfe der GC analysiert (s. Kap. 4.6.2.2).

Verwendet wird die Kompaktanlage *HP 1100*. Es wird eine Säule mit dem Trennmittel divinylbenzolvernetztes Polystyrol in Ca^{2+} -Form verwendet, weil damit nahezu alle Polyole erfaßt werden können. Im Vorfeld muß das Retentionsverhalten der Substanzen durch Kalibrierung erfaßt werden. Die Säulentemperatur beträgt 85 °C. Der RI-Detektor wird auf 35 °C temperiert. Analysiert wird eine 2 %ige Lösung, die zuvor zweimal filtriert wird (0,45 μm und 0,02 μm Filter).

4.6.2.4 Bestimmung des Schmelzbereichs von Kernen

Ein wichtiges Charakteristikum des Kaugummis ist die Elastizität des Kerns. Diese Eigenschaft kann durch den Schmelzbereich des Kerns erfaßt werden und korreliert gut mit dem sensorischen Eindruck der Kaubarkeit des Kerns.

Die Bestimmung der thermischen Eigenschaft von Kaugummikernen erfolgt mit Hilfe eines Dynamischen-Differenz-Kalorimeters (DDK bzw. DSC: Differential Scanning Calorimeter). Verwendet wird ein leistungskompensiertes *Pyris 1 DSC* der Fa. PERKIN-ELMER mit Flüssig-Stickstoff-Kühlung. Als Schmelztemperatur wird die „extrapolierte peak onset Temperatur“ (T_m) angegeben, da diese Bestimmungsmethode^[137] der Schmelztemperatur im Gegensatz zum Peakmaximum nur wenig von der Probenbeschaffenheit, z.B. Einwaage, Korngröße u.ä., beeinflusst wird. Die Bestimmung der Enthalpie des Phasenübergangs erfolgt durch die Auswertung der Fläche zwischen der extrapolierten Basislinie und der Meßkurve. Es werden zur Bestimmung der Schmelztemperatur ca. 10 mg Probe in einem 50- μl -Aluminiumtiegel eingewogen. Die Aufheizgeschwindigkeit beträgt 10 K/min. Der Temperaturbereich erstreckt sich von 25 °C bis 130 °C.

4.7 Herstellung von Kaugummidragees

4.7.1 Kurze Funktionsbeschreibung der Dragieranlage

Bei dem *DRIACOATER Vario 500/600* der Fa. DRIAM handelt es sich um eine halbautomatische Technikumsdragieranlage, bestehend aus einer Rechneinheit, einem Temperier-, Dosier- und Luftführungssystem und dem Herzstück der perforierten, nonagonalen Trommel. Zur Peripherie gehört eine Einheit zur Konditionierung der Trocknungsluft.

Das Arbeitsvolumen des *DRC Vario 500/600* beträgt 10 kg für Kaugummikerne. Durch Vorversuche konnte die Füllmenge auf 8 kg reduziert werden.

Eine Membran-Dosierpumpe der Fa. LEWA fördert das Dragiermedium aus dem Vorlagebehälter *LT bi 10* zu den zwei pneumatisch betriebenen Einstoffdüsen der Fa. SPRAYING SYSTEM Typ *1/8 JJ AUH-SS*. Die Stabilität und Höhe des Förderdrucks und somit die resultierende Sprühfläche ist von der Viskosität des Dragiermediums und dem verwendeten Düsenmundstück abhängig^[138]. Vorrangig wird das Mundstück Typ *TEEJET 9501*, $d = 0,66$ mm verwendet. Bei zu niedrigen Drücken wird das kleinere Mundstück *800067* mit 0,53 mm Durchmesser verwendet. Durch die Verwendung von Suspensionen, in denen sich ungelöste Substanzen wie Titandioxid und/oder Zuckeralkohole befinden, stellen die Düsen eine kritische Stelle dar. Der gesamte Sprüharm, seine Versorgungsleitungen und der Vorlagebehälter sind durch ein Doppelmantelsystem kontrolliert temperiert. Das Dragiermedium wird im Vorlagebehälter unter ständigem Rühren in Bewegung gehalten. Allerdings ist es in den Rohrleitungen während der Verteil- und Trocknungsphase im Stillstand. Das vorhandene Luftführungssystem des Coaters ermöglicht zwei Varianten der Gutstrocknung: die **Gleichstromtrocknung**, bei der die Luft die gleiche Richtung wie der Sprühstrahl besitzt oder die **Gegenstromtrocknung**, bei der die Luft durch die perforierte Trommelwand durch das Gut hindurch strömt.

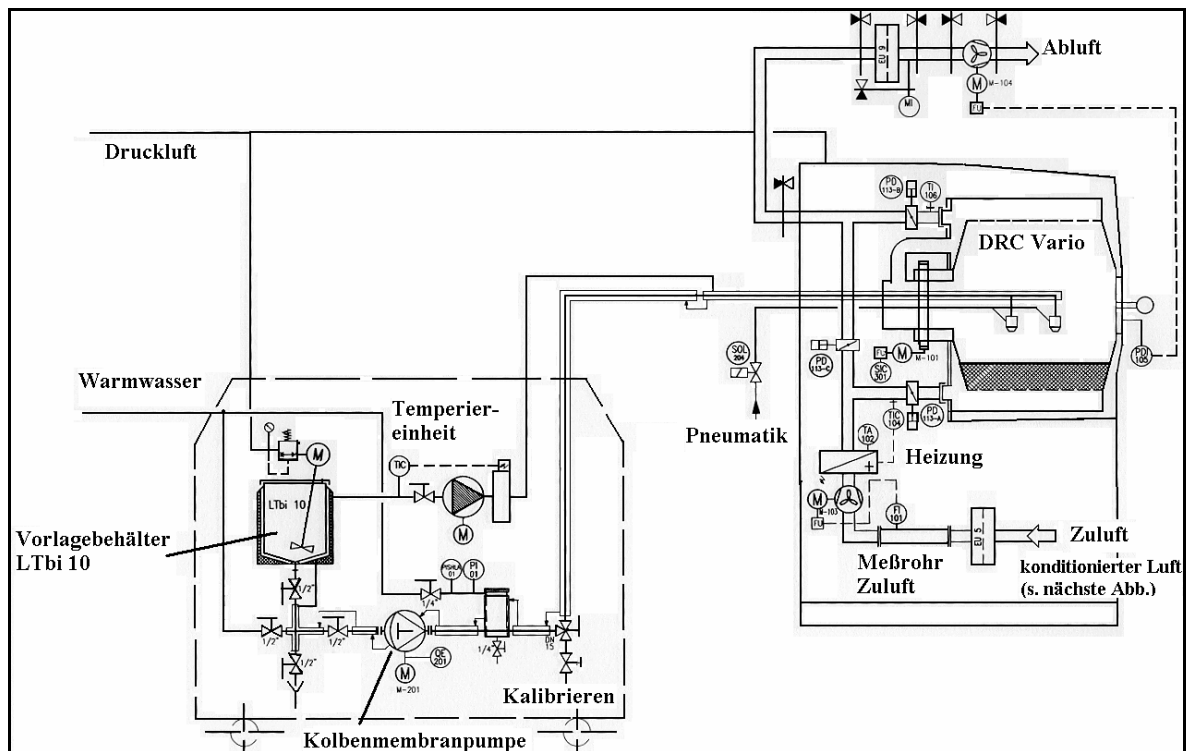


Abb. 4-4: P&I Fließbild des DRC Vario 500/600 von DRIAM^[139]

Alle Dragierungen werden mit der einfach zu handhabenden Gleichstromtrocknung durchgeführt. Über den Leitrechner wird mit Hilfe der Software *OCTOPUS 3000* die Programmierung und Speicherung von Dragierprogrammen gewährleistet. Außerdem werden kontinuierlich bestimmte Meßwerte, wie z.B. die Ablufttemperatur und –feuchte aufgezeichnet und stehen ebenfalls späteren Überprüfungen zur Verfügung. Das P&I Fließbild der Anlage verdeutlicht die Verknüpfungen der einzelnen Bestandteile (Abb. 4-4). Die Inbetriebnahme und Prüfung der einzelnen Anlagenteile

fanden im Rahmen einer Diplomarbeit^[138] statt. Die Besonderheit der Technikumsanlage ist die Peripherie, durch die die Konditionierung der Trocknungsluft gewährleistet wird. Diese Anlage besteht aus drei Einheiten. Die Prozeßluft wird in die erste Einheit, dem CFB-Adsorptionstrockner (Fa. DELAIR) geleitet, durch einen Luftkanal gesogen und mittels des Trocknungsmittels *Delsorb HQ-SW35* entfeuchtet. Durch den zweiten Luftkanal wird die Regenerierluft geleitet, die bei der sektionsweisen Regenerierung des Trockenmittels entsteht (Abb. 4-5).

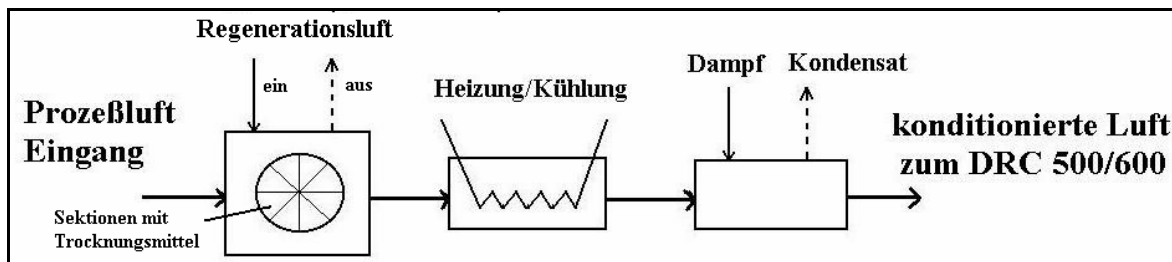


Abb. 4-5: Prinzipskizze der Luftkonditionierung

Die entfeuchtete Luft wird in der Temperiereinheit (Fa. VERHULST AIRCONDITIONING) auf die geforderte Temperatur gekühlt oder geheizt. Zum Abschluß wird mit Hilfe von Dampf die gewünschte Wassermenge in die temperierte Luft eingespeist und steht als konditionierte Luft (gewünschter Taupunkt) dem Dragiergerät als Trocknungsluft zur Verfügung.

4.7.2 Durchführung der Dragierungen und Weiterverarbeitung der Produkte

Die Prozeßabschnitte bei der Drageeherstellung im Technikumsmaßstab entsprechen denen der großtechnischen Produktion. Zuerst muß das Dragiermedium hergestellt werden (s. Kap. 4.2.2). In der Zwischenzeit werden die Kerne in der rotierenden und durchlüfteten Trommel vom Talkum befreit und geglättet. Alle Peripheriegeräte werden aktiviert. Im Leitrechner wird das benötigte Dragierprogramm geladen bzw. entwickelt. Nach Überführung des Dragiermediums in den Vorlagebehälter wird das Dosiersystem kalibriert. In Tab. 4-4 sind die Standardeinstellungen der Maschinenparameter zusammengefaßt.

Da der Dragierablauf und die Produktqualität bei manuellen Dragierungen sehr stark personenabhängig sind (s. Einleitung), werden feste Regeln für die im Rahmen dieser Arbeit durchgeführten und analysierten Dragierungen angefertigt:

Tab. 4-4: Übliche Arbeitsbedingungen der Dragierungen mit dem DRC Vario 500/600

Parameter	Einstellung
Trommelgeschwindigkeit [min^{-1}]	20
Volumenstrom der Trocknungsluft [m^3/min]	5
Taupunkt [$^{\circ}\text{C}$]	-2 bis 0
Temperatur der Trocknungsluft [$^{\circ}\text{C}$]	25
Differenzdruck in der Trommel [mbar]	4
Chargengröße (Kerne) [kg]	8

Während der ersten drei Zyklen werden nach der Hälfte der Zeit in der Verteilungsphase ca. 70 g Pulver des verwendeten Zuckeraustauschstoffs über die feuchten Kerne gestreut, da die Klebe-

neigung zu diesem Zeitpunkt sehr stark ist. Außerdem können während dieser Zyklen anhaftende Kerne von der Trommelinnenwand entfernt werden.

In regelmäßigen Abständen werden Proben von 10 Kaugummis genommen, um den momentanen Deckenanteil gravimetrisch (Analysenwaage) zu kontrollieren. Zu diesem Zweck muß das Einzelgewicht, ermittelt aus 20 Kernrohlingen, bekannt sein. Der Trocknungszustand muß bei allen Wägungen gleich sein. Es werden Dragees mit 33 Massen % Deckenanteil hergestellt. Je nach Zielsetzung der Dragierung wird das Programm gewählt. Im kommenden Kapitel werden die unterschiedlichen Versuchsreihen mit den dazugehörigen Programmen näher erläutert. Alle Dragierungen enden mit einer Polierphase, in der ca. 15 g Carnaubawachs zwischen den Dragees zerrieben werden.

Im Anschluß wird das Produkt für ca. 15 h in einem Konditionierschrank der Fa. WTB-BINDER bei 25 °C und 45 % relativer Luftfeuchtigkeit gelagert. Am nächsten Tag werden Fehlprodukte wie Agglomerate und Zwillinge aussortiert und alle für die entsprechenden Untersuchungsreihe vorgesehenen Untersuchungen durchgeführt. Zum Schluß werden die Dragees verpackt und bei unterschiedlichen Bedingungen gelagert (s. Kap. 4.10).

4.8 Übersicht der Dragierungen

Um die Vielfalt der möglichen Einflußparameter und Rezepturen einzuschränken, kommt die statistische Versuchsplanung^[140] zum Einsatz. Mit Hilfe eines Auswertungssystems (*Cornerstone*) wurden D-optimale Versuchspläne erstellt, bei denen mit einer geringeren Anzahl an Versuchen eine möglichst genaue und gesicherte Aussagen über Einflußfaktoren getroffen werden kann. Diese Pläne können durch fortführende Versuchspläne erweitert werden.

4.8.1 Einfluß der Kaugummikernqualität auf den Prozeß und die Produktqualität

Vier verschiedene handelsübliche Kaugummieinlagen werden für die Untersuchungen verwendet. Neben den in Tab. 4-5 erwähnten Qualitätsprüfungen, werden weitere chemische Untersuchungen (wie Inhaltsstoffanalyse) und physikalische Messungen (wie z.B. Kontaktwinkel) durchgeführt.

Tab. 4-5: Dragierungen zum Thema Einfluß der Kernqualität

Kern	4 Varianten; Bezeichnung: KI bis KIV
Dragiermedium	Lösungen mit Isomalt ST (70 °C) und Isomalt GS (55 °C)
Dragierprogramm	alle gleich (Tab. 12-11, Anh. S. LIV)
Qualitätsprüfungen	Wassergehalt, Schichtdicke, Sensorik, TPA
Lagerung	30 °C: 60 % r.F. und 70 % r.F., Umgebungsbedingungen
Dauer	6 Monate
Verpackung	Karton groß und Z-Klick-Boxen, Alu-Beutel groß und klein

4.8.2 Vergleich der Dragierungen mit Zucker und Zuckeraustauschstoffen

Es werden Dragierungen durchgeführt, um den Einfluß des jeweiligen Rohstoffs, des Dragierprogramms, des Kerns und unterschiedlicher Dragierbedingungen zu ermitteln (Tab. 4-6). Es findet ein Vergleich zwischen Lösungs- und Suspensionsdragierungen statt. Außerdem wird der Einfluß

der Erhöhung des Trockensubstanzgehaltes von Isomalt GS auf den Prozeß und die Produktqualität näher untersucht.

Die Produkte werden sensorisch und instrumentell über einen Zeitraum von 6 Monaten beurteilt. Die Lagerung findet in großen Kartons und in Z-Klick-Verpackungen (Karton, cellophaniert), sowie in großen (ca. 500 g) und kleinen (ca. 15 g) Alu-Beuteln statt. Die Lagerbedingungen setzen sich wie folgt zusammen: Umgebungsbedingungen (25 °C und ca. 45 % r.F.) und bei 30 °C mit 60 % r.F. und 70 % r.F.

Tab. 4-6: Übersicht der Dragierungen mit unterschiedlichen Zuckeralkoholen

Rohstoff	Medium ¹	Pr.	Kern	T _A [°C]	TS [%]	Bemerkung
Saccharose	Lösung	1	KII, KIII	60	72	
Maltit	Lösung ³	1	KII, KIII	60	71	
Maltit	Lösung ³	Z-1	KIII	60	72	
Maltit	Lösung ³	F-1	KIII	60	71	
Maltit	Lösung ³	L-1	KIII	60	69	L-Programm ^[99]
Maltit	Lösung ³	R-1	KIII	60	71	R-Programm ^[99]
Maltit	Suspension ²	L-1	KIII	45	74	
Isomalt ST	Lösung ⁴	1	KII, KIII	70	67	
Isomalt ST	Suspension ²	1	KIII	65	67	
Isomalt GS	Lösung ⁴	1	KII, KIII	50	67	
Isomalt GS	Suspension ²	1	KIII	40	67	
Isomalt GS	Lösung ⁴	Z-1	KIII	65	72	schnell
Isomalt GS	Lösung ⁴	Z-1	KIII	55	67	schnell
Isomalt GS	Lösung ⁴	F-1	KII	55	67	Maltit-Bedingungen
Isomalt GS	Suspension ²	1	KIII	47	72	Programm

¹: alle Medien enthalten 2 % Gummi arabicum

²: Verhältnis gelöstes Polyol zu Feststoff beträgt 2:1

³: enthält 0,5 % Titandioxid

⁴: enthält 1 % Titandioxid

4.8.3 Einfluß von Maschinenparametern auf den Prozeßablauf und die Produktqualität

Auf der Basis der statistischen Versuchsplanung ist ein D-optimaler Versuchsplan mit quadratischen Effekten zusammengestellt worden, der drei ausgewählte Maschinenparameter berücksichtigt (Tab. 4-7). Es müssen mindestens 12 Versuche durchgeführt werden. In diesem Beispiel existieren keine Freiheitsgrade.

Der statistische Versuchsplan ist im Anhang (Tab. 12-12, S. LV) zu finden. Die Produkte werden nicht gelagert und nur einmalig 24 h nach ihrer Herstellung bewertet.

Tab. 4-7: Bedingungen und Parameter der Untersuchungsreihe - Maschinenparameter (MPA)

Bedingung	Angaben
Parameter 1: Trommeldrehzahl [min ⁻¹]	10 bis 25
Parameter 2: Luftbeladung bei 25 °C [g _{Wasser} /kg _{tr.Luft}]	5 bis 10
Parameter 3: Dragierprogramme	1, 2 und 3 (Abb. 12-38)
Kern	K _{flach} (KII)
Rezeptur	43,65 % Isomalt GS, 19,35 % Isomalt ST-PF; 1 % Gummi arabicum
Temperatur [°C]	40

4.8.4 Auswirkungen von Zusatzstoffen auf den Prozeßablauf und die Produktqualität

Mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung wird ein D-optimaler Versuchsplan mit Wechselwirkungen erarbeitet, bei dem fünf Zusatzstoffe (Gummi arabicum (*Ga*), CMC, TWEEN 60 (*TW 60*), Sisterna SP 70 (*Sp 70*) und Titandioxid (*TiO₂*)) in je zwei Konzentrationen einfließen. In Tab. 4-8 ist der statistische Versuchsplan dargestellt, wobei nur die grau hinterlegten Versuche durchgeführt wurden. Die Zusätze wurden in der Isomalt GS-Standardsuspension untersucht.

Tab. 4-8: D-optimaler Versuchsplan mit Wechselwirkungen für Dragierungen und rheologische Untersuchungen mit Isomalt GS-Suspensionen (40 °C; $TS_{Polyol} = 65,8 \%$)*

Versuchsnummer	Zusatz + c _{auf TS Polyol} [%]				
	Ga	CMC	TW 60	Sp 70	TiO ₂
V-ZS-1	5	1	1	0,5	-
V-ZS-2	5	-	1	-	-
V-ZS-3	-	1	1	-	1
V-ZS-4	5	1	-	-	1
V-ZS-5	5	1	-	0,5	-
V-ZS-6	-	1	-	0,5	1
V-ZS-7	-	-	-	-	-
V-ZS-8	5	-	1	0,5	1
V-ZS-9	-	-	1	0,5	-
V-ZS-10	-	-	-	-	1
V-ZS-11	-	1	1	-	-
V-ZS-12	-	-	1	-	1
V-ZS-13	5	-	-	0,5	-
V-ZS-14	5	-	-	0,5	-
V-ZS-15	5	-	-	-	1
V-ZS-16	-	1	-	-	1
V-ZS-17	5	1	-	0,5	1
V-ZS-18	-	-	-	0,5	1
V-ZS-19	5	-	1	-	-
V-ZS-20	-	1	-	0,5	-
V-ZS-21	5	-	1	0,5	1

*Nur mit den grau markierten Versuchen wurde Dragiert und die rheologischen Messungen durchgeführt.

Die Produkte werden über einen Zeitraum von 3 Monaten in Kartons bzw. Z-Klick-Verpackungen gelagert. Über diesen Zeitraum wird die sensorische und instrumentelle Bewertung der Produkte durchgeführt.

4.8.5 Hinweise zur Auswertung der Dragierungen

Trotz permanenter Kontrolle des Deckenaufbaus kommt es vor, daß die Drageedecke einen größeren oder kleineren Massenanteil als 33 % erreicht. Diese Abweichung wird sowohl zur Berechnung der theoretischen Dragiergeschwindigkeit als auch der Schichtdicke für 33 % herangezogen, damit die Dragierungen vergleichbar sind. Die Daten zur Kompensation der Dragierzeit werden aus der Hauptdragierphase, dem Deckenaufbau, entnommen. Zum Ermitteln der Ausbeute werden die ‚Zwillinge‘, Agglomerate und die an der Wand verklebten Kerne selektiert und der Anteil auf das Gesamtgewicht prozentual bezogen. Die angegeben Zeiten und Mengen sind nachträglich anhand des Dragierprotokoll überarbeitet worden, um von jeder Dragierung die tatsächlichen Daten ermitteln zu können.

4.9 Meßverfahren zur Bestimmung der Eigenschaften von Kaugummidragees

4.9.1 Die sensorische Beurteilung von Dragees

An der sensorischen Überprüfung nehmen vier langjährig deskriptiv geschulte Personen teil. Die Proben werden ohne eine spezielle Vorbehandlung direkt aus der Verpackung gereicht. Der Probenumfang beträgt maximal sechs Proben. Die Sensorik wird in Anlehnung an das Prüfverfahren *DIN 10 952*^[116, 117] „bewertende Prüfung mit Skale“ durchgeführt. Im Anhang steht ein Attribute-Katalog zur Verfügung (Tab. 12-13, Anh. S. LV).

Auf folgende Merkmale werden alle Produkte geprüft: Aussehen, Knusprigkeit (*KN*), Lautstärke/Geräusch (*LA*), Bruchverhalten (*BV*) und Härte der Decke (*sen. DH*). Es wird eine Skale mit 9 Punkten ($k = 9$; 0 bis 8) verwendet.

Bei dieser Untersuchung muß für jedes Kriterium mindestens ein Dragee beurteilt werden. Die Beurteilung der Drageedecke findet beim ersten Biß auf das Dragee mit den Backenzähnen statt (Kap. 3.4.3.2). Es ergibt sich durch Verrechnen der vier Attribute ein sensorischer Gesamtwert (*SG*), der sich folgendermaßen zusammensetzt:

$$SG = \frac{(2 \cdot KN + 2 \cdot LA + BV + sen.DH)}{6} \quad (Gl. 17)$$

Es hat sich herausgestellt, daß die beiden Attribute Knusprigkeit und Lautstärke eine größere Bedeutung für die Charakterisierung der Drageedecke haben als die anderen Attribute. Daher ist die Gewichtung dieser beiden Eigenschaften zweifach in die Berechnung des sensorischen Gesamteindrucks eingeflossen.

4.9.2 Instrumentelle Beurteilung von Dragees

Zur Beurteilung der Textur von Kaugummidragees wird neben der haptischen Beurteilung eine instrumentelle Analyse durchgeführt. Diese Analyse wird mit dem *Texture Profile Analyser (TPA) TA-HDi* der Fa. STABLE MICRO SYSTEM (SMS), Großbritannien, durchgeführt. Es werden je nach Probenanzahl 20 bzw. 10 Dragees untersucht. Sie werden nacheinander in die Mitte des ‚confectionary holders‘ gelegt. Zur Verwendung kommt die 5 kg Meßzelle, an der arretiert der Meßzylinder P 5 ($d = 5$ mm) mit gleichbleibender Geschwindigkeit 3 mm tief in die Probe eindringt.

Zum Ende der Lagerungszeit werden die Proben spröder und härter, wodurch zusätzlich die 25 kg Meßzelle zum Einsatz kommt. Die Texturanalyse findet parallel zur Sensorik unter normalen Raumbedingungen statt. Die Geräteparameter sind dem Anhang (Tab. 12-14, Anh. S. LV) zu entnehmen.

Mit Hilfe der Auswertungssoftware können aus den Meßkurven mehrere Drageemerkmale ermittelt werden. Bei den Merkmalen handelt es sich um die Crunch-Zahl (*CZ*), die Deckenhärte (*DH*), die Kernhärte (*KH*), die Knusprigkeit (*tKN*), die Kauarbeit (*KA*) und die Elastizität (*E*). In Abb. 4-6 wird eine Meßkurve und deren Auswertung exemplarisch dargestellt.

- **Crunch-Zahl (CZ):** Summe aller Peaks, die beim Eindringen des Stempels in die Drageedecke ab dem maximalen Kraftaufwand während 1 mm Eindringtiefe entstehen. Als Peak wird jede Kraft erfaßt, die größer als der Schwellenwert von 0,06 N ist (Abb. 4-6);
- **Deckenhärte (DH) [N]:** maximaler Kraftaufwand (maximaler Peak) innerhalb der ersten 1 mm, in Newton berechnet;
- **Kernhärte (KH) [N]:** gemessene Kraft nach 1,5 mm Meßzeit;
- **Knusprigkeit (tKN):** linearisierte Längenausdehnung des Meßverlaufs, d.h. je knuspriger das Dragee ist, desto mehr Peaks bilden die Meßkurve. Dies hat zur Folge, daß der linearisierte Verlauf länger ist, als bei Meßkurven mit wenigen Ausschlägen;
- **Kauarbeit (KA) [Nm]:** die Fläche unterhalb der Meßkurve in Nmm; mit dem Faktor 0,001 multipliziert ergibt sich die SI-Einheit Nm;
- **Elastizität (E) [N/mm²]:** die Steigung der Kraft-Weg-Kurve bis zum ersten Peak.

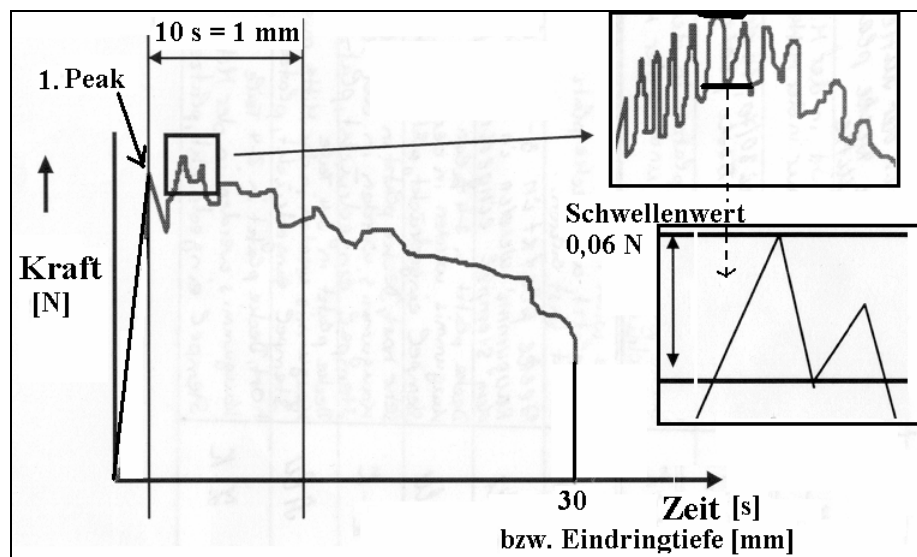


Abb. 4-6: Darstellung einer TPA-Meßkurve mit Schwellenwertangabe

4.10 Lagerungsbedingungen zur Beurteilung der Stabilität von Kaugummidragees

Die Lagerungsstabilität von Kaugummidragees wird in Abhängigkeit der Zusammensetzung des Kerns, der Decke und der Verpackung bei unterschiedlichen Klimabedingungen ermittelt. Die Bestimmung der Lagerungseigenschaften von Dragees wird durch die Lagerung in zwei verschiedenen Verpackungen bei drei unterschiedlichen Klimata durchgeführt. Beurteilungskriterien sind Wassergehalt der Decke und die sensorische bzw. instrumentelle Qualitätsbeurteilung (s. oben). Da die weiteren Klimata mit Hilfe von gesundheitsbedenklichen Salzlösungen erzeugt werden (Tab. 12-15, Anh. S. LVI), wird von diesen Proben nur die instrumentelle Untersuchung durchgeführt.

Im Klimacontainer werden, bei konstant gehaltener Temperatur von 30 °C, Metallboxen gelagert, in denen unterschiedliche Luftfeuchtigkeiten herrschen. Am Boden jeder Box befindet sich eine Wanne, gefüllt mit einer sich im Löslichkeitsgleichgewicht befindenden gesättigten Salzlösung.

Zum Einstellen der 70 % relativen Feuchte mußte mit Hilfe von Vorversuchen ein Gemisch gefunden werden, da kein einzelnes Salz diese Feuchtigkeit erzeugt. Daher wurden Mischungen mit Na-

triumnitrat und Ammoniumnitrat erarbeitet, deren Wasseraktivität, mit Hilfe eines Hygrometers überprüft, einen a_w -Wert von 0,7 erzeugt wurde.

In den Boxen herrscht eine über alle 4 Ebenen gleichmäßige Feuchtigkeit, die durch die Luftumwälzung mit einem Ventilator gewährleistet ist.

Für die Sensorik werden je 500 g Produkt in Kartons (115 x 90 x 60 mm) und in Standbeutel (160 x 280 x 45 mm) verpackt. Bei den Standbeuteln handelt es sich um einen Folienverbund (Fa. BISCHOF + KLEIN) aus PET/ALU/PE, der über eine Sauerstoffbarriere, gegen $0 \text{ cm}^3/\text{m}^2\text{d}$ verfügt. Die Gebinde für den Klimacontainer sind kleiner (ca. 15 g), aber aus demselben Material. Es werden kleine „Z-Klick-Boxen“ (85 x 12 x 57 mm) und verschweißbare aluminiumkaschierte Beutel (75 x 15 x 55 mm) verwendet. Die Z-Klick-Boxen werden mit wasserdampfundurchlässigem Cellophan umhüllt und verschweißt.

4.11 Meßgenauigkeit und Reproduzierbarkeit der angewandten Verfahren

Alle verwendeten Geräte werden auf ihre Meßgenauigkeit und Reproduzierbarkeit überprüft. Zur Absicherung der Ergebnisse werden mindestens Doppelbestimmungen durchgeführt. Die Reproduzierbarkeit des Dragierprozesses kann durch Vorversuche eingeschätzt werden.

5 Granulometrische Untersuchung von Isomalt-Modellsuspensionen

Die Qualität einer überzogenen Süßware, wie z.B. dem Kaugummidragee ist von vielen Parametern abhängig. Die Qualitätsbeeinflussung findet in erster Linie durch die physico-chemischen Eigenschaften des Dragiermediums statt. Der Einfluß wird durch die Art des Mediums (echte Lösung oder disperses System aus zwei oder mehr Phasen) bedingt. Beim Dragieren werden selten reine, echte Lösungen, sondern vielmehr kolloidale bis grobdisperse Systeme verwendet.

Bei den eingesetzten Dragiersuspensionen handelt es sich um thermodynamisch instabile (metastabile) Systeme. Folgende Instabilitätseffekte treten auf:

- Entmischungserscheinungen durch Sedimentation infolge Polydispersität (Partikelspektrum);
- Mögliche Agglomerationserscheinungen/Kristallisationseffekte bei Verwendung übersättigter Lösungen;
- Umlagerung des Verhältnisses der beiden Komponenten im Isomalt ST- oder Isomalt GS-System mit Veränderung aller physico-chemischen Eigenschaften.

Bereits 1995^[92] wurde das Zwei-Komponenten-Dragiersystem auf Basis von Isomalt ST untersucht. Es wurde herausgefunden, daß sich innerhalb von 20 min das ursprünglich äquivalente Verhältnis von 1,6-GPS zu 1,1-GPM in der kontinuierlichen und dispersen Phase verschiebt. Die kontinuierliche Phase wird angereichert mit 1,6-GPS und es stellt sich ein Verhältnis von 75:25 (1,6-GPS:1,1-GPM) ein, wohingegen in der dispersen Phase sich das Verhältnis zu Gunsten des 1,1-GPM verschiebt (25:75). Dieses Verhalten konnte bestätigt werden. Zusätzlich konnte nachgewiesen werden, daß diese Umlagerung innerhalb weiterer 150 min bis zu einem Verhältnis von 5:95 (1,6-GPS:1,1-GPM) in der dispersen Phase abläuft. Allerdings ist zu beachten, daß das endgültige Verhältnis der beiden Komponenten von der Wassermenge und der Temperatur abhängt. Diese Umschichtungen können im Laufe des Prozesses zu Änderungen des Kristallisationsverhaltens des Mediums führen, wodurch sich die Strukturen der einzelnen Drageeschichten im Endprodukt unterschiedlich entwickeln können. Durch die nachweisliche Änderung des Mediums innerhalb der Prozeßzeit ist die Vorratshaltung einer stabilen Dragiersuspension nicht möglich. Für die Dragiertechnologie günstig wäre die Verarbeitung einer Suspension von gleichbleibenden Eigenschaften.

5.1 Ergebnisse der Untersuchung von Partikelgrößenverteilungen

5.1.1 Aktivitäten in grobdispersen Systemen

Untersucht werden Isomalt GS - und Isomalt ST-Systeme bei 40 °C. Als erstes wird der mittlere Durchmesser (Median, M) der Systeme verglichen. Dieser wird aus der Volumenverteilung ermittelt. Der Vergleich der Abbildungen beider Isomalt-Suspensionen, Isomalt ST (Abb. 5-1) mit Isomalt GS (Abb. 5-2), macht deutlich, daß in Abhängigkeit der stoffspezifischen Löslichkeit und der

daraus resultierenden Sättigungskonzentration unterschiedliche Partikelgrößen existieren. Die Entwicklung der Partikelgrößen ist bei beiden Systemen während der Vorratszeit unterschiedlich.

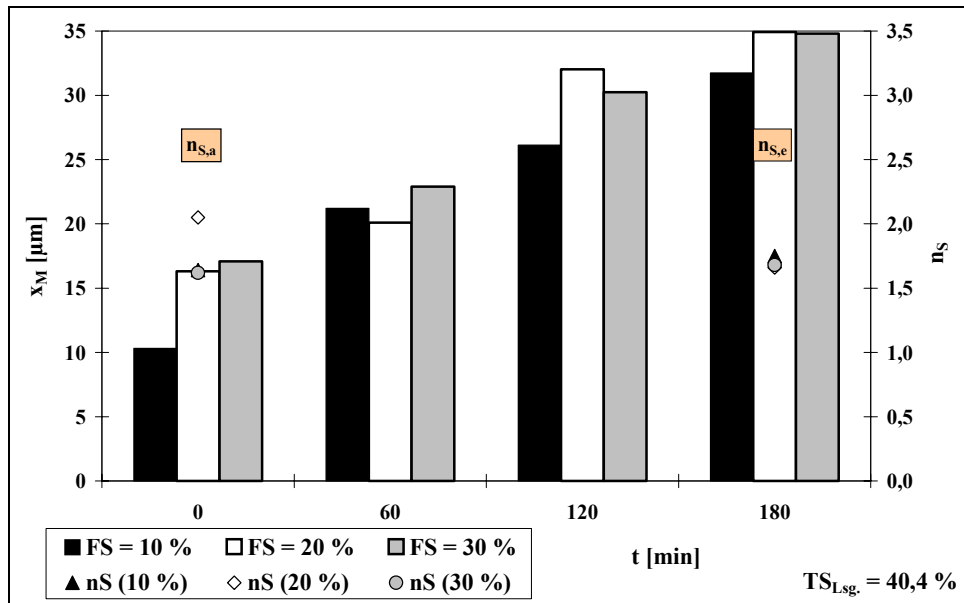


Abb. 5-1: Zeitabhängige Partikelgrößenverteilung von Isomalt ST-Suspensionen unterschiedlicher Feststoffanteile bei 40 °C

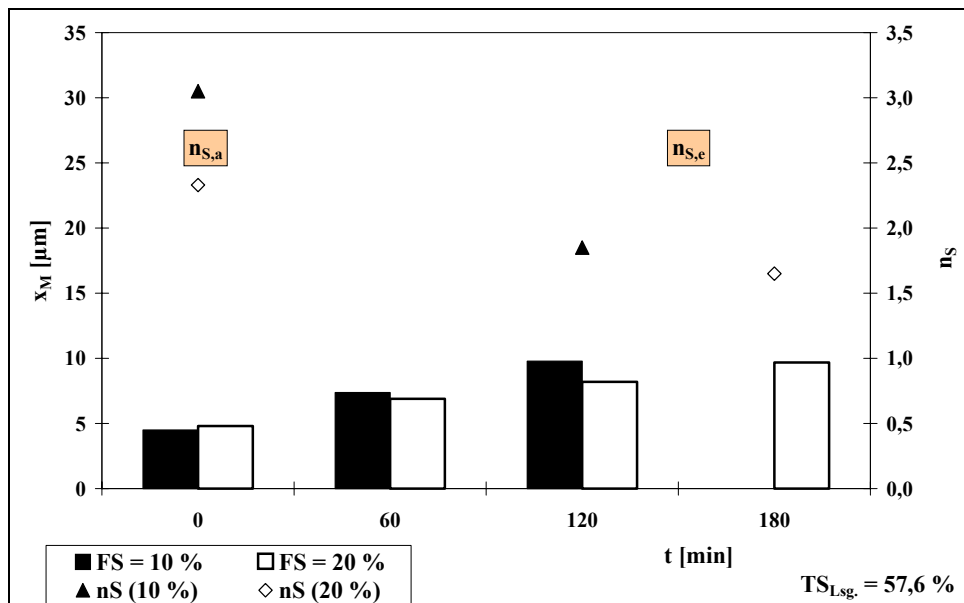


Abb. 5-2: Zeitabhängige Partikelgrößenverteilung von Isomalt GS-Suspensionen unterschiedlicher Feststoffanteile bei 40 °C

In den weniger konzentrierten Systemen des Polyols Isomalt ST erreicht der Median innerhalb von 180 min unabhängig von der Feststoffkonzentration von anfangs 10 bis 17 µm einen Durchschnittswert von ca. 35 µm (Abb. 5-1). Im Gegensatz dazu findet in den Isomalt GS-Medien eine weniger stark ausgeprägte Kristallgrößenänderung statt. Innerhalb von 180 min wird durchschnittlich eine Größenänderung der Partikel von 5 µm auf ca. 10 µm beobachtet (Abb. 5-2). Die hohe „Viskosität“ und der extrem hohe Anteil an Partikeln verhindert die Partikelgrößenmessung von Isomalt GS-Suspensionen mit 30 % Feststoffanteil.

Die Betrachtung des x_{95} -Wertes, der aus der kumulativen Volumenverteilung von 95 % der gemessenen Partikel ermittelt wird, zeigt, daß Isomalt ST-Medien Werte bis 70 μm anstreben, wohingegen die Partikel in Isomalt GS-Medien maximal 25 μm aufweisen (Tab. 5-1). Tab. 5-1 beinhaltet neben der Breite des Partikelgrößenspektrums n_s (genannt: Span) die Wachstumsgeschwindigkeit v_p . Die Verteilungsbreite n_s ist bei Isomalt ST-Systemen annähernd gleichbleibend, wobei anhand des ansteigenden Median-Wertes darauf geschlossen werden kann, daß sich das Spektrum zu größeren Partikeln verschiebt. Bei den Isomalt GS-Systemen ist die Vereinheitlichung der Partikelgrößen deutlicher durch Erniedrigung des Wertes $n_{s,e}$ ausgeprägt. Hier wird wahrscheinlich auf Kosten der kleinen Kristalle das Spektrum enger. Die ermittelten Wachstumsgeschwindigkeiten lassen vermuten, je geringer der Feststoffanteil und die Konzentration der kontinuierlichen Phase ist, desto größer ist die Wachstumsgeschwindigkeit. In den weniger konzentrierten und damit niedriger viskosen Systemen findet ein ausgeprägter Stofftransport bzw. eine stärkere Diffusion statt.

Im nachfolgenden Kapitel wird von verschiedenen Formulierungen das Sedimentationsverhalten untersucht, um zusätzliche Erkenntnisse der inter- und intramolekularen Aktivitäten zu erhalten.

Tab. 5-1: Kenndaten der Partikelgrößenverteilung von Isomaltsuspensionen (40 °C)

Formulierung	TS [%]	$x_{M,a}$ [μm]	$x_{95,e}$ [μm]	$n_{s,a}$	$n_{s,e}$	v_p [$\mu\text{m}/\text{min}$]	R^2
ST-10 %	43,4	10,3	64,8	1,6	1,7	0,12	96,3
ST-20 %	45,6	16,3	66,9	2,0	1,7	0,11	93,9
ST-30 %	47,2	17,1	68,3	1,6	1,7	0,10	99,3
GS-10 %	60,9	4,5	22,1	3,0	1,8	0,04	99,7
GS-20 %	63,2	4,8	20,0	2,3	1,6	0,03	98,9

Bei dem Polyolgemisch Isomalt ST ist aufgrund des vorliegenden äquivalenten Zwei-Komponenten-Systems zu vermuten, daß die Partikel der Komponente 1,6-GPS schnell in Lösung gehen und die weniger löslichen 1,1-GPM-Partikel aufgrund der Konzentrierung der kontinuierlichen Phase schnell wachsen werden. Da sich vermutlich zusätzlich 1,1-GPM-Keime innerhalb der praxisrelevanten Zeit ($t = 180 \text{ min}$) bilden, wird der mittlere Durchmesser x_M zwar größer, aber die Verteilungsbreite wird nicht optimal schmal ($n_s = 1$). Bei Isomalt GS wird aufgrund des 80 %igen Anteils an 1,6-GPS eine Umlagerung nicht in diesem Maße ablaufen.

5.1.2 Auswirkungen des Einsatzes von Zusätzen auf die Partikelgrößenverteilung

Wie bereits dargestellt, zeigen reine Isomalt-Suspensionen mehr oder weniger stark ausgeprägte Änderungen in Partikelgröße und -verteilung. Durch den Einsatz von Zusatzstoffen, wie Polysorbat TWEEN 60 (*TW 60*), Bindemittel Gummi arabicum (*Ga*) und Zuckerester Sisterna SP 70 (*Sp 70*), soll die Art und das Ausmaß der Beeinflussung erfaßt werden. Die Einführung des Faktors D erleichtert die Darstellung der Beeinflussung. D ist der Quotient der Partikeldurchmesser am Ende und am Anfang der Untersuchung (*Gl. 18*). Er ist ein Maß für die Partikelgrößenänderung innerhalb des Untersuchungszeitraums von 180 min.

$$D = \frac{x_{M,e}}{x_{M,a}} \quad (Gl. 18)$$

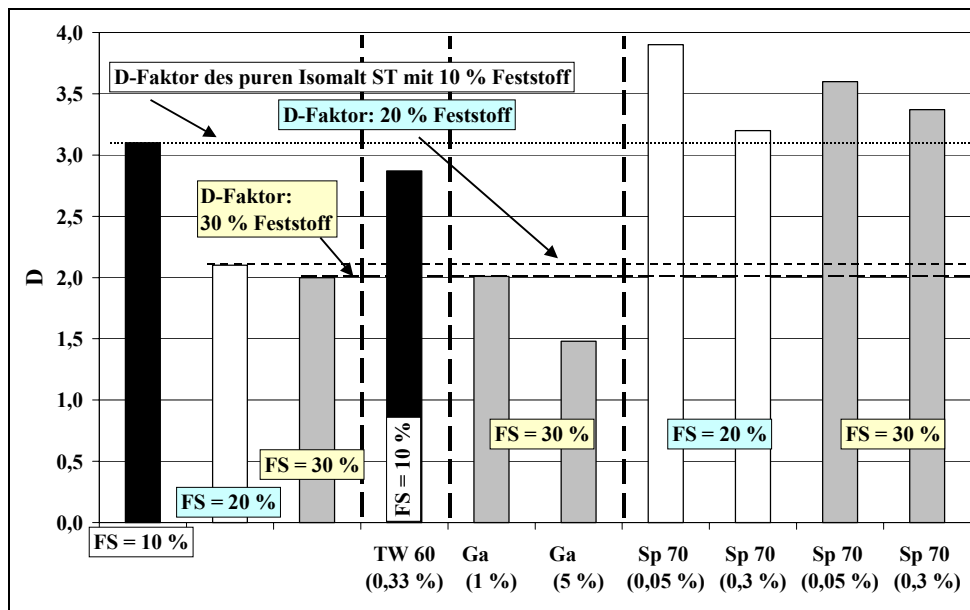


Abb. 5-3: Entwicklung des Faktors D bei Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen (40 °C)

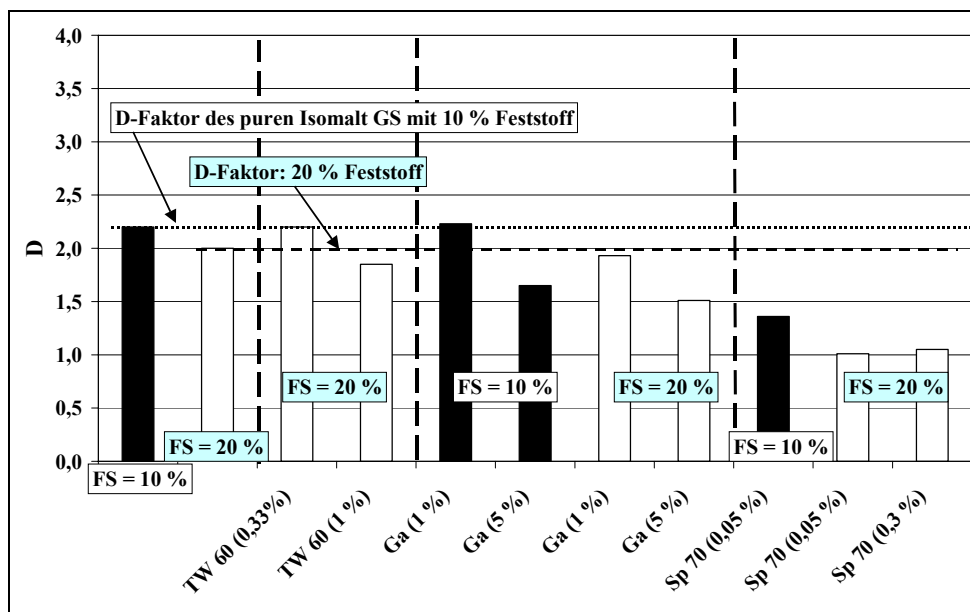


Abb. 5-4: Entwicklung des Faktors D bei Isomalt GS-Suspensionen mit Zusätzen (40 °C)

Der Vergleich von Abb. 5-3 mit Abb. 5-4 zeigt, daß korrelierend zu den reinen Systemen die Partikelgrößenänderung, bewiesen durch die größeren Quotienten D , durchschnittlich in Isomalt ST-Medien stärker ausgeprägt ist als in Isomalt GS-Systemen. Der Grund dürfte sein, daß in Isomalt ST-Suspensionen erheblich mehr GPM, das für den Feststoffanteil verantwortlich ist, vorhanden ist.

In Tab. 5-2 sind die Effekte der Zusatzstoffe auf die Partikelgrößen in Isomalt ST- und Isomalt GS-Systemen zusammengefaßt. Die Anzahl der Symbole gibt die Intensität des Effektes an. Aufgrund

der wenigen Versuche mit TWEEN 60 ist sein Einfluß auf die unterschiedlichen Systeme nicht eindeutig zu deuten.

Tab. 5-2: Tabellarischer Überblick des Einflusses von Zusatzstoffen auf die Entwicklung der Partikelgrößen

		Isomalt ST			Isomalt GS	
Zusatz	c [%]	FS = 10 %	FS = 20 %	FS = 30 %	FS = 10 %	FS = 20 %
TW 60	0,3	≈				≈/+
	1,0					≈/-
Ga	1,0			≈	≈	≈
	5,0			-	-	-
Sp 70	0,05		+++	+++	-	--
	0,3		++	+++		--

≈ : gleich großer Einfluß mit /ohne Zusatzstoff

+ : Beschleunigung der Vergrößerung der Partikel

- : Reduzierung der Wachstums- und der Aggregation

Es ist zu vermuten, daß 1 % *Ga* auf Systeme mit viel Feststoffanteil bzw. einer hohen Polyolkonzentration keinen signifikanten Einfluß auf die Diffusionsprozesse hat. Die Zugabe von 5 % *Ga* bewirkt allerdings eine Beschleunigung der Wachstums- bzw. Aggregationsvorgänge.

Die Wirkung des Zuckeresters Sisterna SP 70 ist bei beiden Isomalt-Varianten völlig unterschiedlich. Unabhängig vom Feststoffanteil findet in den Isomalt ST-Medien ein beschleunigtes Partikelwachstum bzw. eine –aggregation statt. In den Isomalt GS-Systemen kann vermutet werden, daß der grenzflächenaktive Stoff den Diffusionsprozesse erschwert und daher die Partikel kaum wachsen. Die Intensität des Einflusses des Zusatzstoffes ist kaum auf seine Dosierung zurückzuführen.

Die x_{95} -Werte beider Isomalt-Medien mit und ohne Zusatzstoffe zeigen, daß die Partikel im Gemisch kleiner als in den reinen Suspensionen sind (vgl. Tab. 5-1 mit Tab. 12-16, Anh. S. LVI). Die Breite der Partikelgrößenverteilung wird durch die Zusätze bei beiden Isomalt-Varianten beeinflusst. Die Verteilungen n_s der Isomalt GS-Formulierungen werden entsprechend der reinen Isomalt GS-Suspensionen enger. Es ist zu vermuten, daß in Isomalt GS-Systemen zwar ein Lösen der 1,6-GPS-Komponente stattfindet, aber das Wachstum oder die Aggregation der vorhandenen 1,1-GPM-Partikel ist wesentlich langsamer. Dies führt zu engeren Verteilungen in Kombination mit einem geringen Anstieg des Partikeldurchmessers.

Zum Schluß werden Isomalt GS-Suspensionen - hergestellt nach Originalrezepturen - untersucht. Der Unterschied zwischen dem jeweiligen Standardsystem und der Variante I besteht in der Konzentration der kontinuierlichen Phase zum Zeitpunkt der Partikelzugabe. Die Standardlösungen haben eine Trockensubstanz von 57,6 %, wohingegen die Varianten nur 55 % aufweisen. Wie bei den Modellsuspensionen findet nur eine geringe Partikelgrößenänderung innerhalb der 180 min statt (Abb. 5-5). Die Partikel wachsen von anfänglich ca. 5 µm auf ca. 10 µm an. Tendenziell sind zu Beginn die Partikel in den Standardsuspensionen minimal größer als die Partikel der jeweiligen

Varianten. Der jeweilige Endzustand ist ebenfalls sehr ähnlich. Der Faktor D der beiden Isomalt ST-Medien ist geringer als der der beiden Isomalt GS-Suspensionen.

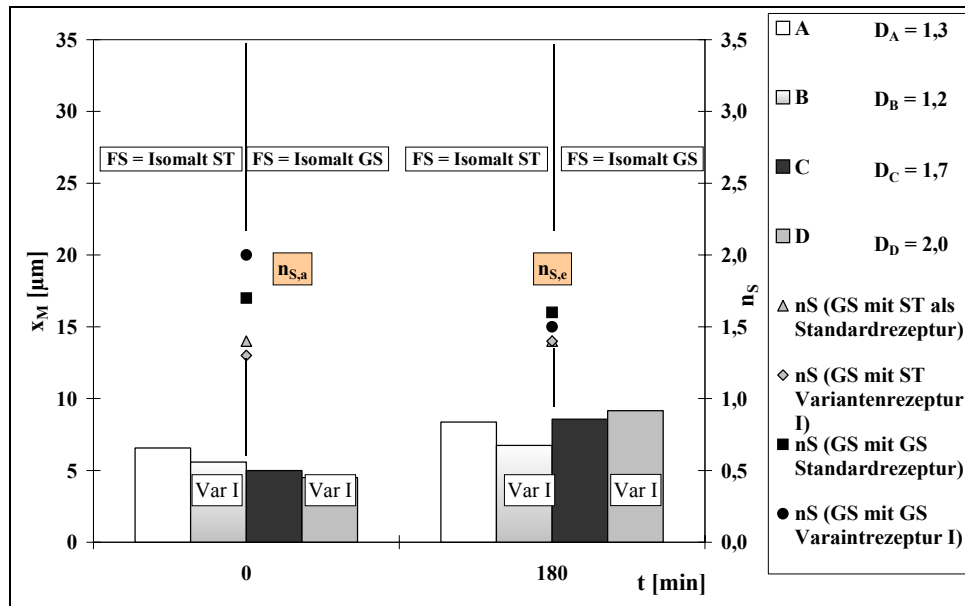


Abb. 5-5: Partikelgrößenverteilung originaler Isomalt-Drugiersuspensionen

5.2 Ergebnisse der Stabilitätsuntersuchungen von Isomalt-Modellsuspensionen

Zur Bestätigung der unter Kap. 5.1 gefundenen Effekte werden mit Hilfe der Lichtstreuungsmethode die Systeme untersucht. Diese Methode ermöglicht es, die Dynamik ablaufender Sedimentationsvorgänge zu bestimmen. Aufgrund der Polydispersität kann eine Berechnung des mittleren Partikeldurchmessers aus den Sedimentationsgeschwindigkeiten nicht durchgeführt werden. Das kausal angelegte Sedimentieren der Partikel wird durch die überlagerte Aggregation beschleunigt. Daher kann aufgrund der eingesetzten Analysetechnik nicht zwischen Aggregation und Kristallisation unterschieden werden.

5.2.1 Verhalten von verschiedenen grobdispersen Isomalt-Systemen in Abhängigkeit von der Temperatur

Die Versuchsreihe wurde ergänzt durch die Untersuchung von grobdispersen Isomalt GM-Suspensionen. Isomalt GM ist eine weitere Variante der Isomalt-Familie, die zu ca. 80 % aus 1,1-GPM und ca. 20 % aus 1,6-GPS besteht.

Das Bildpaar 5-6 und 5-7 ist eine exemplarische Darstellung einer instabilen Suspension. Abb. 5-6 gibt den Verlauf des rückgestreuten Lichtes (Delta Back Scattering, ΔBS) der blickdichten Isomalt ST-Suspension wieder. Es ist zu erkennen, daß sich am Boden (1) ein Sediment aufbaut und am oberen Rand sich eine Aufklarzone (2A) entwickelt. In Abb. 5-7 ist das Verhalten des durchscheinenden Lichtes (Delta Transmission, ΔTR) dargestellt, wobei einzig eine geringfügige Aktivität am oberen Rand (2B) zu erkennen ist. Durch die Rückstreuung können in blickdichten Systeme-

men wesentlich schneller Veränderungen erkannt werden als mit der Transmission (vgl. Zone 2A mit 2B).

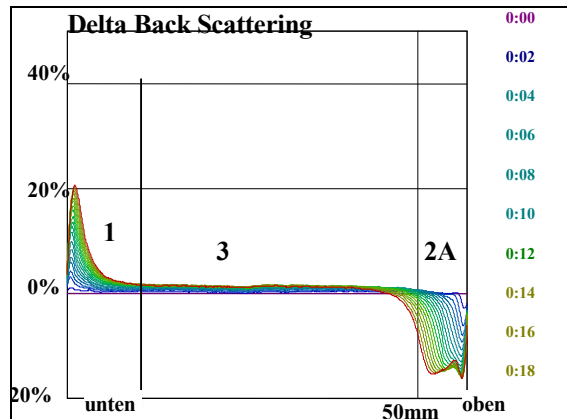


Abb. 5-6: Rückstreuung - Isomalt ST-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{\text{Probe}} = 0 \text{ min}$

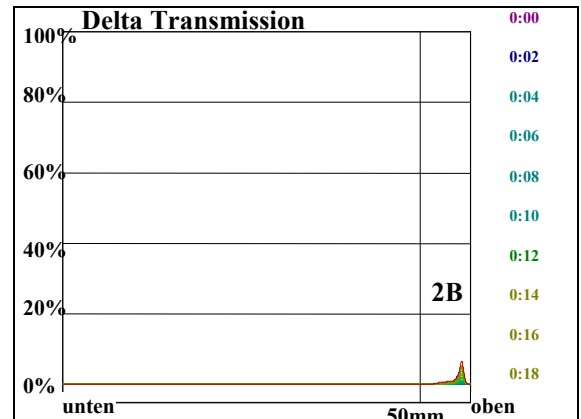


Abb. 5-7: Transmission - Isomalt ST-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{\text{Probe}} = 0 \text{ min}$

Das Sedimentationsverhalten der Probe nach 210 min Vorratshaltung bewirkt eine stärkere Aufklärung am oberen Rand (2B) (Abb. 5-8). Diese ältere Probe klärt nicht nur wesentlich früher auf als die erste Probe, sondern innerhalb der 20 min Meßdauer bildet sich ein vollständig durchsichtiger Probenrand. Die Darstellung der Rückstreuung der älteren Probe ist der von Abb. 5-6 sehr ähnlich.



Abb. 5-8: Transmission - Isomalt ST-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{\text{Probe}} = 210 \text{ min}$

Alle gebildeten Sedimente gehören zur Kategorie ‚redispergierbar‘, weil während der Messung keine Stauchung des Bodensatzes stattfindet, sondern ein gleichmäßiger Sedimentaufbau zu erkennen ist. Zusätzlich wird über den gesamten Probenbehälter (3) eine geringe Strukturänderung sichtbar, die auf eine Aggregation der Partikel zurückzuführen ist. Die Aggregatbildung läßt sich durch die steigende Intensität des Delta Back Scattering über den gesamten Probenraum feststellen. Es wird sich eher um Aggregation der Partikel als um deren Koaleszens oder Wachstum handeln, da die Meßzeit von 20 Minuten für solche Wachstumsvorgänge nicht ausreichend ist. Die Vergrößerung der Partikel konnte im vorangegangenen Kapitel mittels den Isomalt ST-Suspensionen nachgewiesen werden.

In Abb. 5-9 ist die Entmischungskinetik der besprochenen Isomalt ST-Systeme in Abhängigkeit des Probenalters dargestellt. Die weniger stark zu differenzierenden Geschwindigkeiten der Sedimentbildung am Boden sind durch die Steigung der linearen Kurven ΔBS dargestellt. Die Kurvenverläufe der Aufklärung ΔTR am Probenrand deuten auf ein verstärktes Destabilisierungsverhalten über die Vorratszeit hin. Eine Gegenüberstellung der beiden Destabilisierungsaktivitäten läßt erkennen, daß die Suspension in mehrere Zonen aufgeteilt werden kann, welche jeweils anderen stoffspezifischen Strukturierungsvorgängen unterliegen.

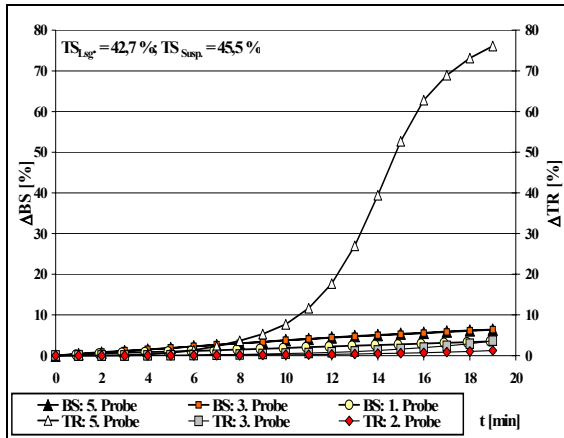


Abb. 5-9: Entmischungskinetik - ΔBS und ΔTR , Isomalt ST-Suspension mit $FS = 10 \%$, $T = 40 \text{ }^{\circ}\text{C}$

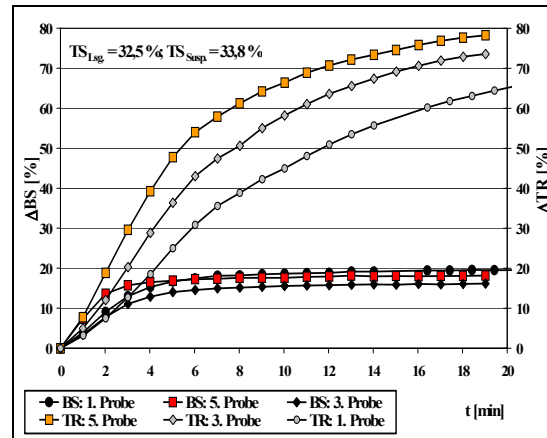


Abb. 5-10: Entmischungskinetik - ΔBS und ΔTR , Isomalt GM-Suspension mit $FS = 10 \%$, $T = 40 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Abb. 5-9 und 5-10 zeigen zwei unterschiedlich stabile Isomalt-Systeme. Während Abb. 5-9 eine annähernd stabile Suspension darstellt, die erst bei der Probenahme nach 210 min ausgeprägte Sedimentationserscheinungen im Transmissionsbereich zeigt, stellt Abb. 5-10 ein von Anfang an instabiles System dar. Dieses instabile System besteht aus Isomalt GM. Es tritt eine fast vollständige Aufklärung ΔTR über die gesamte Probenlänge innerhalb der Meßzeit auf.

In Tab. 5-3 sind die Daten zusammengefaßt. Sehr deutlich ist zu erkennen, daß die Geschwindigkeit des Sedimentaufbaus v_{BS} weniger differenziertere Werte ergibt als die Berechnung der Aufklargeschwindigkeit v_{TR} . Bei beiden Systemen ist die Entwicklung der Aufklargeschwindigkeit gleich. Je älter das System ist, desto schneller findet eine Aufklärung über die Probenlänge statt. Für sehr instabile Systeme wie Isomalt GM-Suspensionen ist ein weiterer Parameter zum Erfassen der Entmischungskinetik gebräuchlich: $t_{(TR = 50 \%)}$.

Dieser Wert stellt die benötigte Zeit bis zum Erreichen einer Transmission von 50 % dar. Der Wert korreliert mit der Aufklargeschwindigkeit. Diese Änderung wird auch auf Kristallwachstum oder Aggregation zurückzuführen sein.

Tab. 5-3: Entmischungs- und Aufklargeschwindigkeit von Isomalt GM- und Isomalt ST Suspensionen in Abhängigkeit der Lagerzeit

Zeit [min]	Isomalt ST		Isomalt GM	
	v_{BS} [$\Delta BS/min$]	v_{TR} [$\Delta TR/min$]	v_{BS} [$\Delta BS/min$]	v_{TR} [$\Delta TR/min$]
0	0,18	-	1,0	3,2
30	0,31	0,06	1,1	3,0
60	0,33	0,19	0,8	3,8
90	0,36	0,76	0,9	3,9
210	-	-	1,0	4,1
270	0,33	4,0	-	-

Die Untersuchung von Isomalt GS-Suspensionen zeigt während der gebräuchlichen Meßzeit und innerhalb des gewohnten Probenahmezeitraums kaum Instabilitäten (Abb. 12-1, Anh. S. XVII). Innerhalb eines längeren Beobachtungszeitraums von 26 h können jedoch erste Aufklarungs- und Sedimentbildungsaktivitäten erfaßt werden (Abb. 5-11). Dieser extrem lange Entmischungszeitraum weist auf sehr stabile Systeme hin. Der Anstieg der Rückstreuungsintensität über den gesamten Probenraum deutet auf Verdichtungsvorgänge wie Aggregation und Kristallisation hin. Diese Veränderungen haben allerdings in diesem System nicht die gleichen Auswirkungen wie bei Isomalt ST- und Isomalt GM-Suspensionen. Hier ist die kontinuierliche Phase sehr konzentriert und viskoser, wodurch die gewachsenen Partikel oder Cluster wesentlich langsamer herabsinken und keine ausgeprägte Sedimentation gemessen werden kann (Abb. 12-2, Anh. S. XVII).

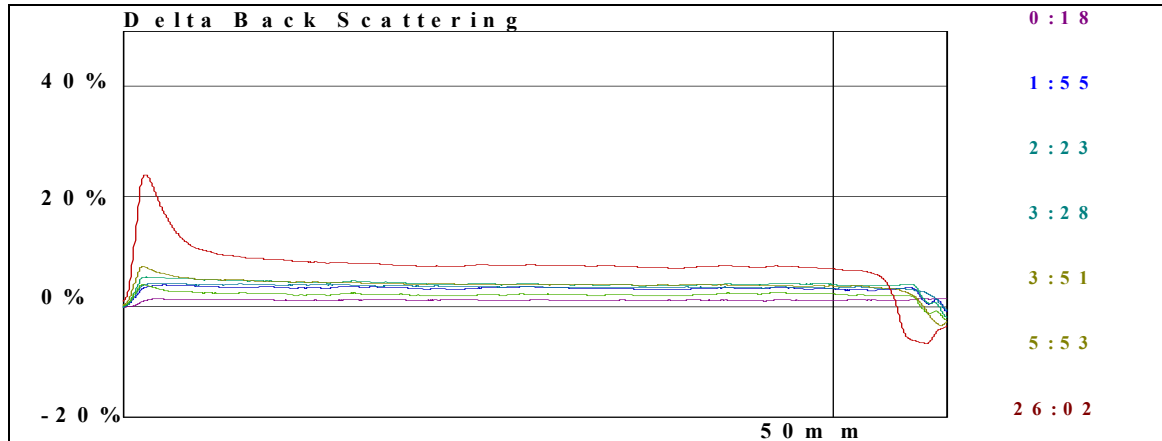


Abb. 5-11: Rückstreuung - Isomalt GS-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{probe} = 0$ min, nach 26 h Standzeit

Die Zusammenfassung der Sedimentationseigenschaften von Isomalt-Systemen (Abb. 5-12 und 5-13) zeigen, daß erhebliche Unterschiede der Sedimentationseigenschaften existieren, die große Auswirkungen auf die Stabilität der einzelnen Formulierung haben. Die Sedimentbildung am Boden ist bei allen Isomalt GS-Systemen und Originalrezepturen auch nach einer Standzeit von 240 min kaum registrierbar. Nach einer Vorratszeit von > 20 h in Bewegung kann mit Entmischungsprozessen in Isomalt GS-Suspensionen gerechnet werden (Abb. 5-11). Die Partikel der Isomalt ST-Suspension sedimentieren von Anfang an. Dieses Verhalten ist bei späteren Probeentnahmen noch stärker ausgeprägt. In Abb. 5-13 ist der Stabilitätsunterschied der Systeme noch kla-

rer zu erkennen. Isomalt ST-Systeme zeigen die ausgeprägteste Aufklärung, gefolgt von den beiden Isomalt GS-Originalrezepturen.

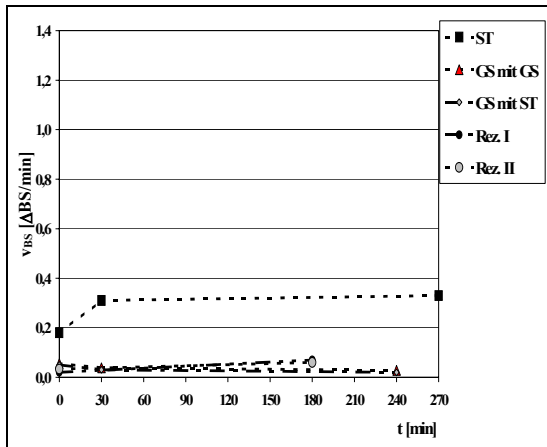


Abb. 5-12: Sedimentationsverhalten von Isomalt-Systemen bei 40 °C

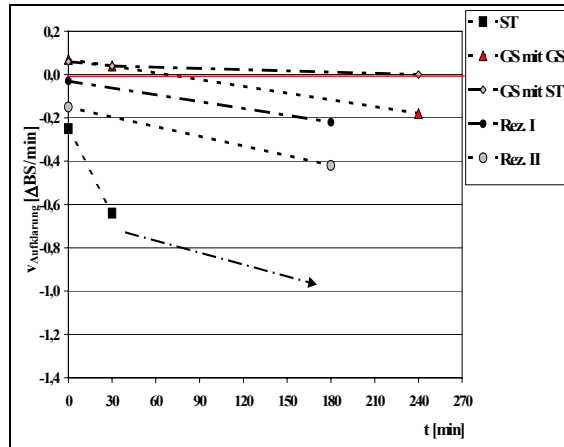


Abb. 5-13: Aufklarverhalten von Isomalt-Systemen bei 40 °C

Die beiden Isomalt GS-Modellsuspensionen erfahren bei der ersten Probenahme anfangs keine Aufklärung, sondern weisen eher eine Verdichtung bzw. Koaleszenz auf. Erst nach einer Vorratszeit von 240 min ist eine Aufklärung bzw. Entmischung zu erkennen.

Es wurden nicht nur Isomalt-Modellsuspensionen bei 40 °C auf deren Stabilität untersucht, sondern auch entsprechend konzentrierte Suspensionen bei 30 °C und 25 °C.

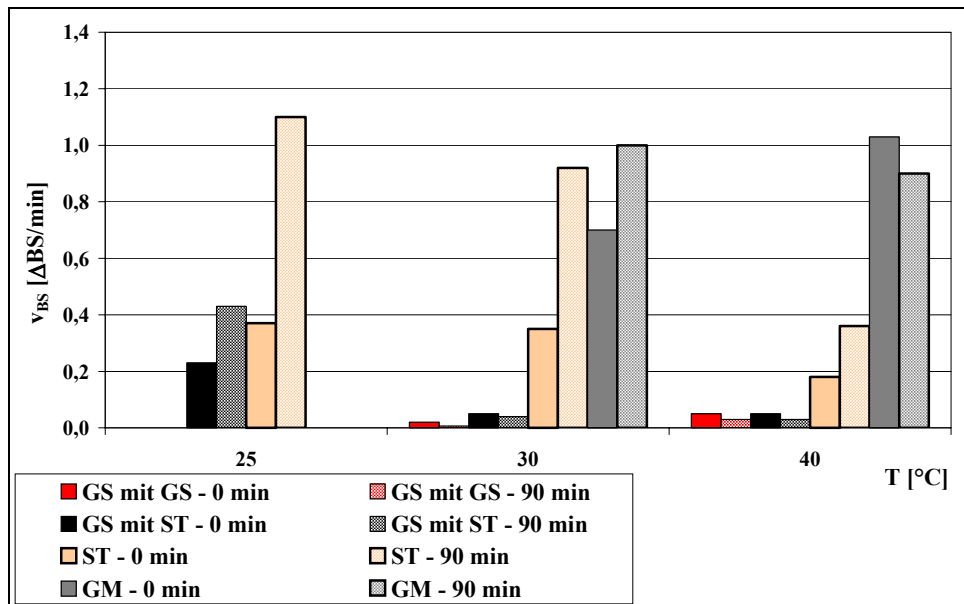


Abb. 5-14: Temperaturabhängige Destabilisierung von Isomalt-Modellsuspensionen mit FS = 10 %

Die Darstellung der Stabilität von Isomalt-Systemen in Abhängigkeit der Temperatur (Abb. 5-14) zeigt, daß alle Isomalt GM-Suspensionen am instabilsten sind, gefolgt von den Isomalt ST-Suspensionen. Isomalt GS-Suspensionen sind bei jeder Temperatur am stabilsten. (Tab. 12-17 und 12-18, Anh. S. LVI):

Isomalt GM < Isomalt ST < Isomalt GS

Diese Stabilitätsreihe korreliert mit den Sättigungskonzentrationen und dem dadurch resultierenden Feststoffanteil, d.h. je höher die Sättigungskonzentration ist, desto stabiler und viskoser, ist das System.

Aufgrund der technischen Einschränkungen werden nur Systeme bis maximal 40 °C untersucht, wodurch keine konkrete Aussage über die Stabilität einer Standardrezeptur mit Isomalt ST (65 °C, TS \approx 65 %) möglich ist. Rückschlüsse können einzig über das Verhalten der untersuchten Systeme und in Kombination mit weiteren physico-chemischen Eigenschaften, wie dem Viskositätsverhalten, getroffen werden. Ein Vergleich der Isomalt ST-Standardsuspension mit der Isomalt GS-Standardsuspension bietet sich an. Zum momentanen Stand der Untersuchungen kann angenommen werden, daß die Isomalt ST-Standard-Suspension ebenfalls ausgeprägte Entmischungsvorgänge aufweist.

5.2.2 Beeinflussung des Sedimentationsverhaltens durch Zusatzstoffe

Aufgrund der Tatsache, daß Isomalt ST- und speziell Isomalt GM-Systeme bereits über eine Meßzeit von 20 min instabil sind und diese Instabilität durch Aggregation und/oder Partikelwachstum über eine Lagerzeit (mit Agitation) von ca. 240 min zunimmt, wird der Einfluß der Zusätze Gummi arabicum (*Ga*) und Xanthan (*Xa*) und Titandioxid (*TiO₂*) untersucht. Die Untersuchungen ergeben, daß der Einsatz von 1 % *Ga* bei Isomalt GM-Suspensionen eine geringe Stabilisierung des Systems bewirkt (Abb. 5-15). Die Verwendung von 0,05 % *Xa* bewirkt dagegen eine erheblich stärkere Stabilisierung der Suspension (nicht dargestellt). Die Aufklarzeit der reinen Suspension $t_{(TR=50\%)}$ beträgt 10,8 min (Tab. 12-18, Anh. S. LVI) und wird auf 12,2 min durch den Einsatz von Xanthan verlangsamt. Die stabilisierende Wirkung des Polysaccharids Xanthan durch die Erhöhung der Viskosität im Ruhezustand wird über die Vorratszeit der Suspension noch verstärkt, was sich durch die Minderung der Sedimentationsgeschwindigkeit auf $t_{(TR=50\%)} = 16,7$ min nach 180 min äußert. Da die Medien pseudoplastisches Verhalten besitzen, fließen sie bei Scherbeanspruchung leicht. Der Einsatz von 0,05 % *Xa* in einer Isomalt ST-Suspension reduziert die Sedimentations- und Aufklargeschwindigkeit auf ein Zehntel der Ausgangsgeschwindigkeiten.

Von großer Bedeutung ist die Untersuchung des Stabilitätseinflusses von Titandioxid, einem Pigmentfarbstoff. Die Sedimentationseigenschaften der Isomalt ST-Suspensionen werden durch Titandioxid bei Temperaturen ≤ 30 °C stark beeinflusst (Abb. 5-15). Die Messung zeigt, daß geringere Sedimentationsaktivitäten in diesem Medium vorliegen, als es in der reinen Suspension der Fall ist. Die Sedimentationsgeschwindigkeit des reinen Mediums ist durch die Linien mit Beschriftung dargestellt.

Während der Lagerzeit hat sich die Sedimentationsgeschwindigkeit nicht erhöht. Dem Stabilisierungseffekt des Titandioxids steht ein Destabilisierungseffekt der anderen gebräuchlichen Kom-

ponente Gummi arabicum entgegen. Bei der Kombination der beiden Zusätze scheint der Einfluß des Titandioxids größer zu sein, weil die Stabilität dieser Suspension höher ist als die der reinen Suspension sowie der Suspension, die nur mit Gummi arabicum versehen ist. Bei 40 °C ist die Sedimentationsgeschwindigkeit bei der ersten Probenahme, unabhängig des Zusatzstoffes, größer als bei der jeweiligen reinen Suspension. Nach 3 bzw. 4 Stunden Standzeit sind die Suspensionen generell etwas instabiler, wobei dieser Effekt geringer ausgeprägt ist als bei den reinen Systemen.

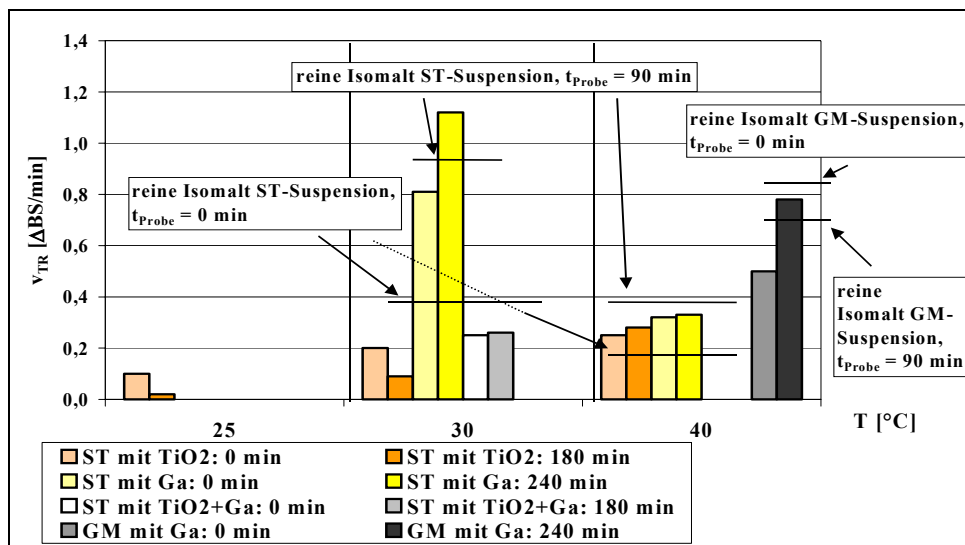


Abb. 5-15: Sedimentbildung - Einfluß von TiO_2 und/oder Ga bei Isomalt ST- und Isomalt GM-Suspensionen

Die Darstellung der Aktivitäten am oberen Probenrand zeigt (Abb. 5-16), daß die Aufklargeschwindigkeit bei allen Systemen ähnlich ist. Bei allen untersuchten Proben ist die Entmischungskinetik am Probenrand anders als am Probenboden. Die Geschwindigkeit der Bodensatzbildung erhöht sich mit steigender Temperatur, wohingegen die Aufklärung mit steigender Temperatur langsamer wird.

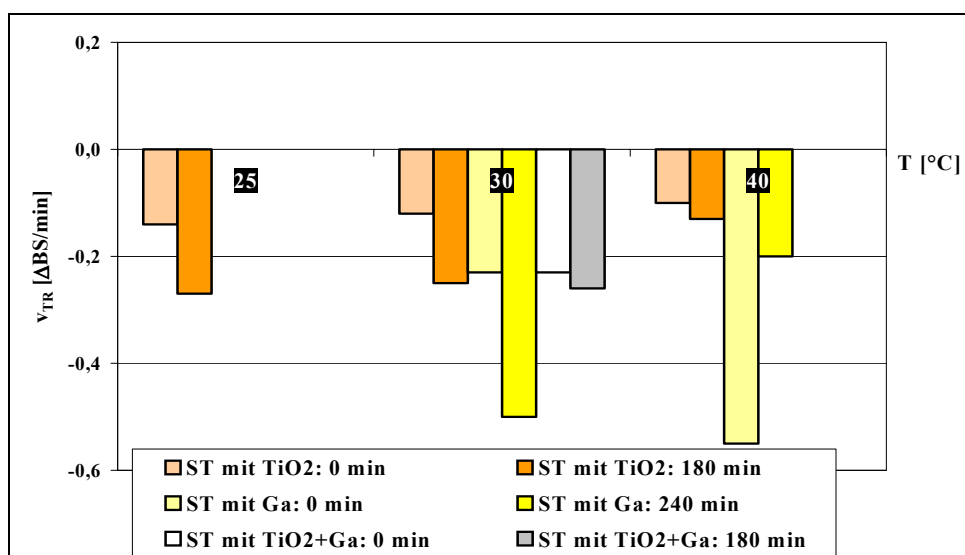


Abb. 5-16: Aufklärung - Einfluß von TiO_2 und/oder Ga auf die Stabilität von Isomalt ST-Suspensionen

Da Isomalt GS-Systeme durch ihre hohe Sättigungskonzentration sehr stabil sind, wird ihre Stabilitätsbeeinflussung durch ein Bindemittel nicht näher untersucht. Vielmehr soll bei ihnen der Einfluß des technischen Hilfsstoffs TWEEN 60 untersucht werden.

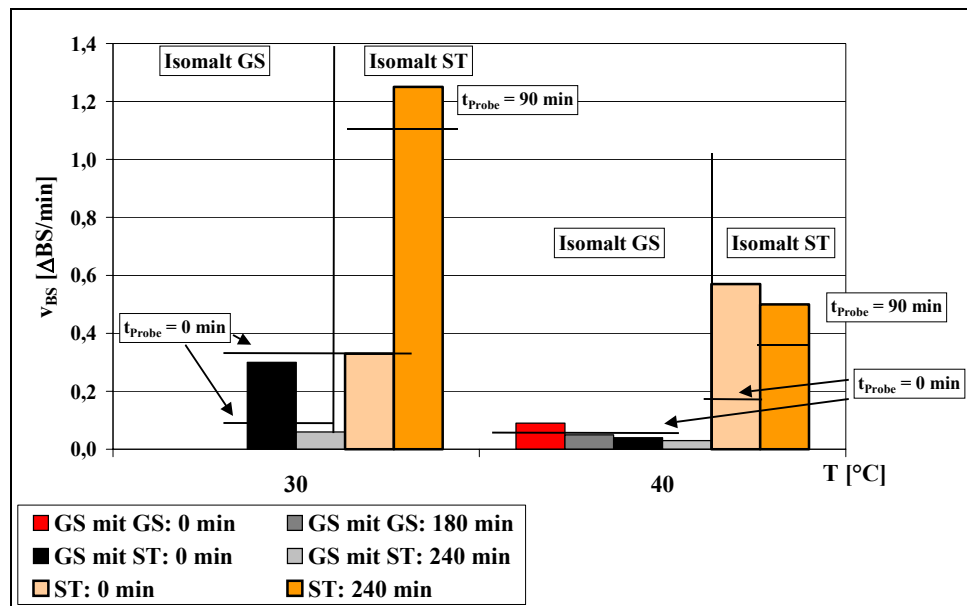


Abb. 5-17: Sedimentbildung - Einfluß von TWEEN 60 auf die Stabilität von Isomalt ST- und Isomalt GS-Suspensionen

Auf die Stabilität der Isomalt GS-Suspension hat dieser grenzflächenaktive Hilfsstoff nur einen geringfügigen stabilisierenden Einfluß (Abb. 5-17). Im Vergleich zu den Geschwindigkeiten der reinen Suspensionen, dargestellt durch die Querstriche in Abb. 5-17, hat TWEEN 60 tendenziell einen destabilisierenden Einfluß auf Isomalt ST-Systeme. Die Aufklargeschwindigkeiten (Abb. 5-18) werden verringert, was auf einen stabilisierenden Effekt am Probenrand hinweist. Auffällig ist das Verhalten der Isomalt GS/ST-Suspension zum Zeitpunkt 0 min, weil keine Aufklärung, sondern eine Verdichtung bzw. Koaleszenz stattfindet.

Bei Isomalt GS-Suspensionen hat TWEEN 60 einen zu vernachlässigenden stabilisierenden Effekt ganz im Gegensatz zu den Isomalt ST-Suspensionen. Allerdings bleibt auch hier die Frage offen, wie stark sich die Zusätze auf die original Isomalt ST-Suspension bei 65 °C mit einer Trockensubstanz von ca. 65 % auswirken.

Der Zusatz von Polysacchariden hat eine stabilisierende Wirkung und grenzflächenaktive Stoffe verringern die Sekundärkeimbildung. Die Beeinflussung von Kristallwachstum und -keimbildung bisher hauptsächlich am Kohlenhydrat Saccharose untersucht. Diese Untersuchungen sind jedoch noch nicht abgeschlossen.

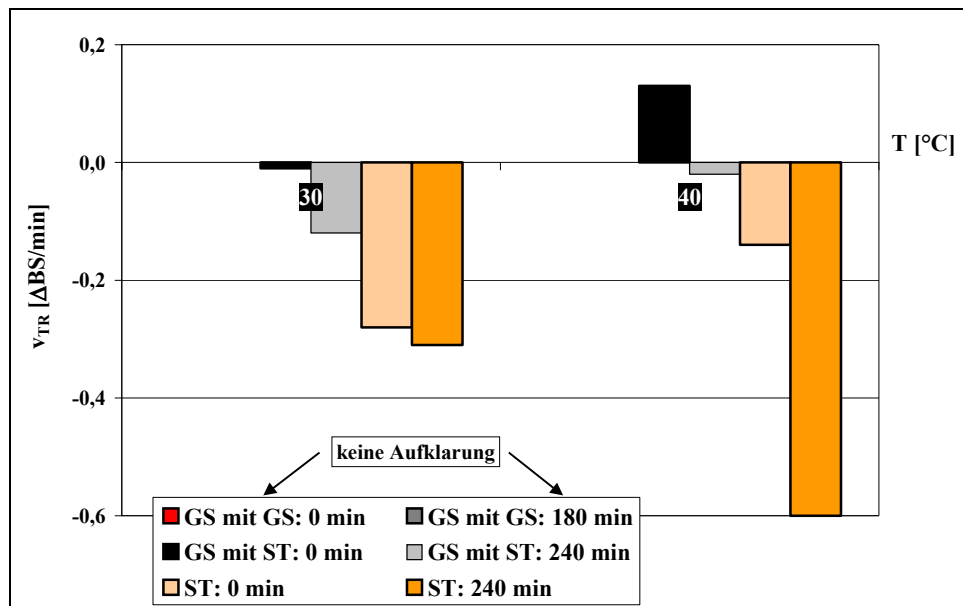


Abb. 5-18: Aufklärung - Einfluß von TWEEN 60 auf die Stabilität von Isomalt ST- und Isomalt GS-Suspensionen

5.3 Zusammenfassung der granulometrischen Untersuchungsergebnisse

Aus den granulometrischen Untersuchungen der Suspensionen ergibt sich folgendes:

Suspensionen der Vertreter der Isomalt-Familie sind in Abhängigkeit von der Konzentration der kontinuierlichen Phase und des Feststoffgehalts unterschiedlich stabil. Isomalt GS-Systeme bleiben über einen sehr langen Zeitraum nahezu stabil. Die ausgeprägte Metastabilität der Isomalt GM- und einiger Isomalt ST-Suspensionen führt zu permanenten Änderungen der Kennwerte der Stoffsysteme, was sich wie folgt technologisch bemerkbar macht:

- Dosierprobleme,
- variierende Qualität des Sprühbildes,
- Oberflächenspannungs- und Benetzungsverhalten,
- Änderung der Trocknungsparameter, wie Zeit, Luftvolumenstrom etc.,
- Sich ändernde Kristallisationseigenschaften.

Veränderungen im System können durch Zusatzstoffe verstärkt oder vermindert werden. Die hier beschriebenen Probleme wurden in der Großtechnologie verbal beschrieben, konnten aber wissenschaftlich nicht begründet werden.

6 Rheologisches Verhalten von Dragiermedien

Das rheologische Verhalten ist für den Ablauf des gesamten Dragierprozesses und für die Gewährleistung der Produktqualität von großer Bedeutung. Zum Vergleich konkurrierender Zuckeralkohole, sind umfangreiche rheologische Untersuchungen durchgeführt worden.

Fundamentale rheologische Untersuchungen von bekannten Dragiermedien konnten explizit aus der recherchierten Literatur^[90, 91, 94] nicht ermittelt werden. Bei den vorliegenden Stoffkennwerten handelt es sich um Kapillarmessungen, die das NEWTONsche Verhalten der reinen Zuckeralkohole in geringer Konzentration bewerten. Sämtliche untersuchten Suspensionen zeigen dagegen ein nicht-NEWTONsches Verhalten. Nachstehend werden ihre Deformationssysteme, die Temperaturabhängigkeit und der Strukturzustand untersucht.

6.1 Kapillarviskosimetrie

Die 30 %igen und 60 %igen Lösungen der Kohlenhydrate Isomalt GM, Isomalt ST, Isomalt GS, Maltit, Sorbit, Xylit und Saccharose werden im untersuchten Temperaturbereich (20 °C bis 70 °C) als NEWTONsch betrachtet.

Die dynamische Viskosität der 30 %igen Lösungen ist bei allen untersuchten Kohlenhydratlösungen $< 5 \text{ mPas}$ ^[36] (Tab. 12-19 und 12-20, Anh. S. LVII). Aufgrund der geringen Löslichkeit der Varianten Isomalt GM und Isomalt ST liegen von diesen Substanzen erst Daten ab 40 °C vor. Die Viskosität aller Isomaltlösungen ist bei den 30 %igen und bei den 60 %igen Lösungen am höchsten.

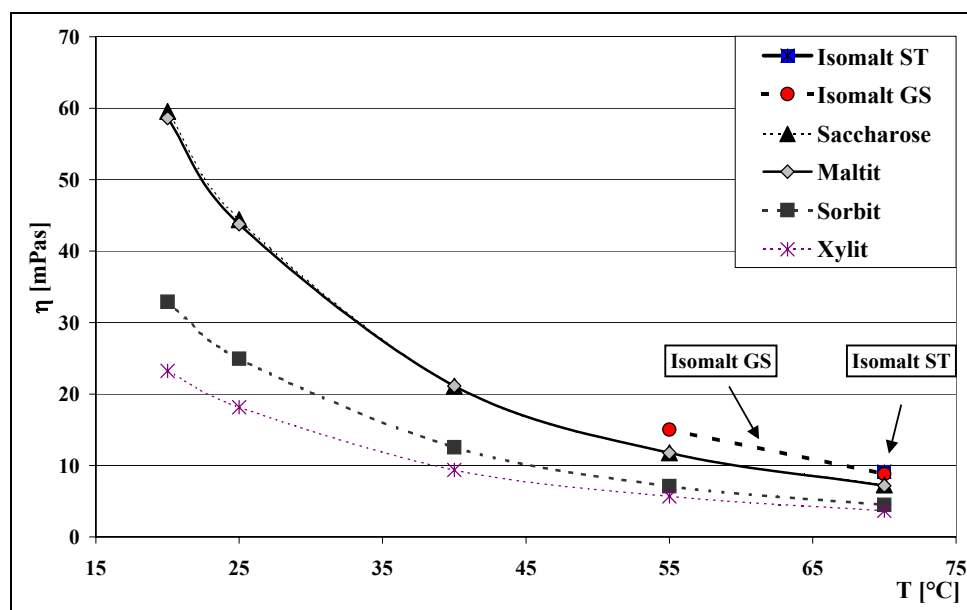


Abb. 6-1: Darstellung der dynamischen Viskosität von 60 %igen Polyollösungen im Vergleich mit Saccharose^[36]

Abb. 6-1 gibt einen Überblick über die Level des viskosen Verhaltens von Zuckeralkoholen im Vergleich zu Saccharose. Es zeigen sich klassische NEWTON-Systeme mit der Viskositätsrelation:

- Isomalt ST \approx Isomalt GS > Saccharose \approx Maltit < Sorbit < Xylit

Verglichen mit den wenigen Werten der Literatur^[141] sind die Werte von Sorbit und Xylit mit größeren Fehlern (> 10 %) behaftet als die Werte der untersuchten Saccharose (< 4 %). Dies könnte auf unterschiedliche Meßmethoden zurückzuführen sein.

In Abb. 6-2 ist in Abhängigkeit von der Sättigungskonzentration und der Temperatur die scheinbare Viskosität η_{sc} dargestellt. Es handelt sich um die scheinbare Viskosität, weil bei den hohen Sättigungskonzentrationen vermutlich nicht-NEWTONsches Verhalten vorliegt. Bis auf Sorbit überschreitet keine der anderen gesättigten Kohlenhydratlösungen die ‚kritische Viskosität‘ (≈ 200 mPas). Sorbit fällt durch seine extreme Löslichkeit und die damit stark ansteigende scheinbare Viskosität auf, was sich ab 55 °C bemerkbar macht. Es wird eine scheinbare Viskosität von $\eta_{sc} \approx 241$ mPas gemessen (Tab. 12-21 und 12-22, Anh. S. LVII und LVIII).

Die Saccharose zeigt ein gegenläufiges Verhalten zu den anderen Polyolen. Mit steigender Sättigungskonzentration und steigender Temperatur sinkt die scheinbare Viskosität. Dieses Verhalten macht die Saccharose für Prozesse wie dem Dragieren sehr interessant, weil bei diesem Prozeß Medien mit möglichst hoher Trockensubstanz bei möglichst niedriger Temperatur und geringer Viskosität verwendet werden sollten.

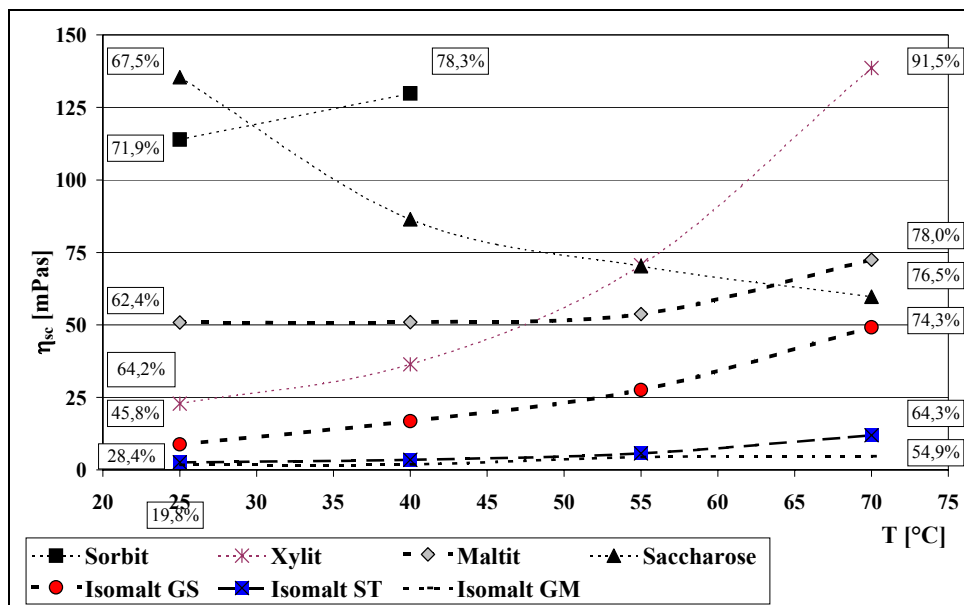


Abb. 6-2: Darstellung der scheinbaren Viskosität η_{sc} von gesättigten Kohlenhydratlösungen

Zum Vergleich wird ebenfalls die mit Gl. 19 ermittelte Scherrate herangezogen. Diese Scherraten (Tab. 6-1) zeigen, daß bei sehr viskosen Medien fast keine Bewegung/Scherrate in der Kapillare existiert. Diese Medien sind extrem hoch viskos und deuten eher auf nicht-NEWTONsches Fließverhalten hin.

$$\dot{\gamma} = \frac{V \cdot 4}{t \cdot \pi \cdot r^3} \quad (Gl. 19)$$

Tab. 6-1: Berechnete Scherraten der Kapillarviskosimetrie von gesättigten Lösungen

[s ⁻¹]	25 °C	40 °C	55 °C	70 °C
Isomalt GM	0,118	0,107	0,046	0,045
Isomalt ST	0,078	0,059	0,021	0,023
Isomalt GS	0,031	0,023	0,014	0,010
Xylit	0,012	0,011	0,007	0,004
Maltit	0,010	0,010	0,007	0,007
Sorbit	0,004	0,004	0,002	0,001
Saccharose	0,004	0,006	0,007	0,008
Wasser	0,228	-	-	-

Bei den gefundenen sehr niedrigen Schergeschwindigkeiten, die häufig unter dem *Tscheuchner-Windhäb*-Punkt ($\dot{\gamma} \approx 0,1 \text{ s}^{-1}$) liegen, werden sehr hohe Viskositätsdaten (bei vorliegender Strukturviskosität) ermittelt. Daher ist es notwendig für die Darstellung der Viskosität von gesättigten Systemen eine verbindliche Vorschrift zu erstellen, um die Werte vergleichen zu können.

Rein vom Gesichtspunkt des Fließverhaltens zeigt das gebräuchlichste und mit am längsten auf dem Markt vertretene Polyol Xylit das interessanteste Verhalten, weil die Viskosität bei sehr hohen Konzentrationen im mittleren Viskositätslevel zu finden ist. Doch die Qualität der Endprodukte, die Eigenschaften der Drageedecke, wie fixe Produktqualität während der Lagerung, differieren von Saccharoseprodukten. Saccharoseprodukte sind wenig hygroskopisch und erhalten daher ihren knackigen, frischen Charakter über einen langen Zeitraum.

6.2 Spannversuche an Dragiermedien

Näher untersucht werden die beiden relativ neuen Polyole Isomalt und Maltit. Zur Ermittlung des, für das Processing notwendigen, fluiddynamischen Kennwertes im technologisch relevanten Schergeschwindigkeitsbereich werden alle Dragiermedien derselben rheologischen Untersuchungsmethodik unterworfen. Vorausberechnungen ergeben, daß die Schergeschwindigkeit in der Technologieführung in folgender Größenordnung vorliegt:

- **Dragieren** 0,1 – 50 s⁻¹,
- **Rühren/Transport in Rohrleitung** 50 – 250 s⁻¹,
- **Versprühen über Düsen** ≥ 500 s⁻¹.

Die Medien werden bei ihrer jeweiligen Arbeitstemperatur T_A untersucht (Tab. 12-8, Anh. S. LIV). Die Arbeitstemperatur ist die Temperatur, die die Medien während des Dragierprozesses im Tank und beim Aufsprühen besitzen müssen.

6.2.1 Untersuchungen an acht praxisrelevanten Dragiermedien

Es werden acht Dragiermedien bestehend aus Isomalt ST, Isomalt GS oder Maltit näher untersucht. Die Zusammensetzung ist im Anhang zusammengestellt (Tab. 12-8, Anh. S. LIII). Exemplarisch sind in Abb. 6-3 am Beispiel der 70 %igen Lösungen die Rheogramme $\eta(\dot{\gamma})$ dargestellt.

Im Anhang sind die 65 %igen Lösungen (Abb. 12-3, S. XVII) und die beiden Suspensionen abgelegt (Abb. 12-4, S. XVIII).

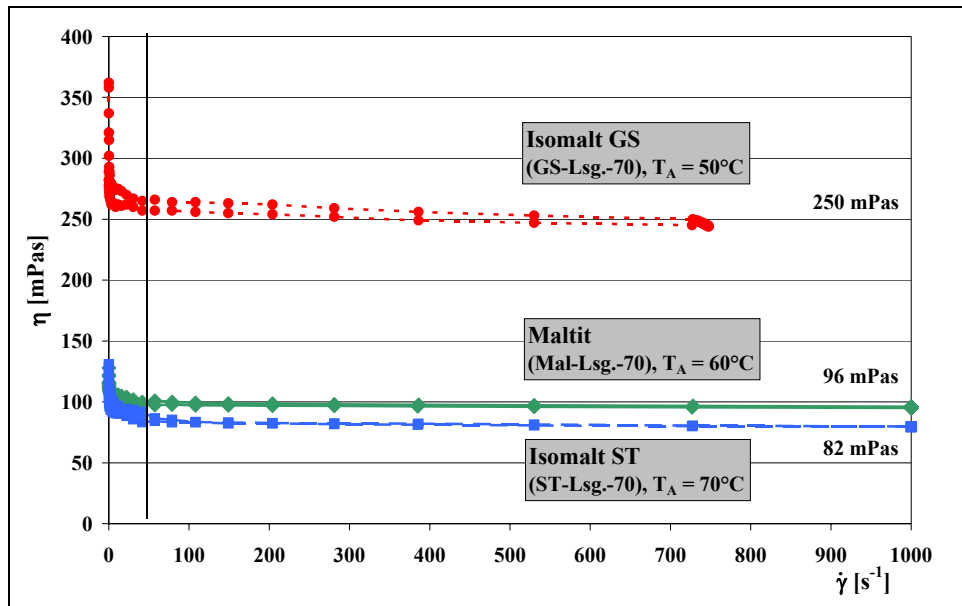


Abb. 6-3: Rheogramm von 70 %igen Lösungen aus Isomalt GS, Isomalt ST und Maltit

Die untersuchten Proben zeigen ein mehr oder weniger ausgeprägtes strukturviskoses Verhalten im Scherratenbereich $< 50 \text{ s}^{-1}$, gekennzeichnet durch das starke Absinken der Viskosität mit steigender Schergeschwindigkeit $\dot{\gamma}$. Im prozeßtechnisch relevanten Bereich ($> 50 \text{ s}^{-1}$) kann das Fließverhalten aller Systeme mit Vorliegen einer Gleichgewichtviskosität als „quasi“-NEWTONsch angenommen werden. Die Viskosität der einzelnen Formulierungen für den Bereich 50 s^{-1} bis 1000 s^{-1} bzw. maximal mögliche Schubspannung ist in Tab. 6-2 zusammengefaßt. Es liegt für alle Systeme bei Sättigungstemperatur ein nicht-NEWTONsches Verhalten vor. Der Fließindex mit $n < 1$ nach *Ostwald-De-Waele* gibt dieses strukturviskose Verhalten der Dragiermedien wieder, der besonders bei der Isomalt GS-Suspension (GS-Sus.-65) sehr niedrig ist.

Tab. 6-2: Gleichgewichtviskosität η_{∞} von Dragiermedien der jeweiligen Arbeitstemperatur (T_A) ermittelt durch Spannversuche

Versuchsbezeichnung	T_A [°C]	n [-]	K [kg/ms ²⁻ⁿ]	R^2	A_{Hy} [Pa s ⁻¹]	STABW	η_{∞} [mPas]
ST-Lsg.-70	70	0,9561	0,1001	0,999	265,8	0,0421	81,8
ST-Lsg.-65	65	0,9711	0,0548	0,999	232,2	0,0415	48,0
ST-Sus.-65	60	0,9631	0,0965	0,999	621,4	0,071	81,4
GS-Lsg.-70	50	0,9849	0,2717	0,985	737,3	0,0729	253,5
GS-Lsg.-65	50	0,9492	0,1637	0,998	1029,3	0,2028	129,6
GS-Sus.-65	40	0,7445	1,5353	0,913	n.m.	0,1193	473,4
Mal-Lsg.-70	60	0,9638	0,1106	0,999	636,3	0,0985	93,6
Mal-Lsg.-65	50	0,9294	0,0486	0,995	103,1	0,0984	35,1

Angaben zum Konsistenzfaktor K und zur Hysterese fläche vervollständigen die Meßtafel. Das Produkt GS-Lsg.-65 (Isomalt GS-Lösung mit TS = 65 %) zeigt die höchste Hysterese fläche A_{Hy} und ist damit als am instabilsten einzuschätzen. Mit Hilfe des Modells von *Ostwald-De-Waele*

(s. Kap. 3.4.2.3, Tab. 3-8) kann die Prozeßviskosität sowie die scheinbare Viskosität für eine beliebige Schergeschwindigkeit im Meßbereich berechnet werden. Die Gleichgewichtsviskositäten η_∞ ($\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$) sind in der Tab. 6-2 aufgeführt.

Im folgenden ist die Rangfolge für η_∞ und K dargestellt:

- **65 %ige Lösungen:** Maltit < Isomalt ST < Isomalt GS;
- **70 %ige Lösungen:** Isomalt ST < Maltit << Isomalt GS.

Die Rangfolge für den Fließindex n zeigt, daß bei den 65 %igen Lösungen Isomalt ST den geringsten strukturviskosen Anteil besitzt. Bei den 70 %igen Lösungen ist das strukturviskose Verhalten von Isomalt GS geringer als bei Isomalt ST. Da die ermittelte Gleichgewichtsviskosität der 70 %igen Isomalt GS-Lösung sehr hoch ist, ist davon auszugehen, daß die Arbeitstemperatur (T_A) zu klein gewählt wurde. Dadurch könnten sich erhebliche Verarbeitungsprobleme ergeben.

6.2.2 Untersuchung des Einflusses von Zusatzstoffen

Weil die herkömmlichen Dragiermedien bereits Zusatzstoffe oder Hilfsstoffe, wie Gummi arabicum (Ga) und Titandioxid (TiO_2) beinhalten, soll ermittelt werden, welche Einflüsse weitere Hilfsstoffe oder andere Konzentrationen auf das rheologische Verhalten von Dragiermedien ausüben. Im Anhang (Tab. 12-23 und 12-24, S. LVIII und LIX) sind die Rezepturen der 21 rheologischen Untersuchungen abgelegt, die mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung definiert wurden. Zum Einsatz kommen Ga , Carboxymethylcellulose (CMC), TWEEN 60 ($TW 60$), Zuckerester Sisterna SP 70 ($Sp 70$) und TiO_2 . Im ersten Versuchskomplex werden bei 40 °C gesättigte Suspensionen aus Isomalt GS mit 10 % Feststoffanteil hergestellt. Im zweiten Komplex werden bei 55 °C gesättigte Isomalt ST-Suspensionen mit 10 % Feststoffanteil untersucht. Isomalt ST-Systeme werden bei 55 °C hergestellt, weil dies der Sättigungs- und Feststoffkonzentration der Isomalt GS-Systeme bei 40 °C sehr ähnelt.

Alle Systeme zeigen mehr oder minder ausgeprägtes strukturviskoses Verhalten (s. Fließindex n). Die Systeme werden aufgeteilt in zwei Gruppen. Die erste Gruppe beinhaltet Kombinationen, deren resultierende Gleichgewichtsviskosität ($\dot{\gamma} = 100 \text{ s}^{-1}$) unterhalb von 250 mPas liegt, wobei dies als oberste Grenze oberhalb der kritischen Viskosität angenommen wird. Diese Kombinationen sind für Isomalt GS in Abb. 6-4 und für Isomalt ST in Abb. 6-5 dargestellt. Die Darstellungen zeigen neben den Gleichgewichtsviskositäten, die innerhalb der 210 min Vorratszeit größtenteils ansteigen, auch den Fließindex n , der scheinbar keiner Gesetzmäßigkeit folgt. Die Strukturviskosität ist bei den Isomalt ST-Systemen wesentlich stärker ausgeprägt. Allerdings ist zu bedenken, daß schon die Suspension ohne Zusatz (*Versuch 7*) stark strukturviskos ist. Die resultierenden Gleichgewichtsviskositäten der Isomalt ST-Suspensionen unterliegen zudem einer wesentlich größeren Streubreite als es bei den Isomalt GS-Systemen der Fall ist. Sie liegen durchgehend niedriger.

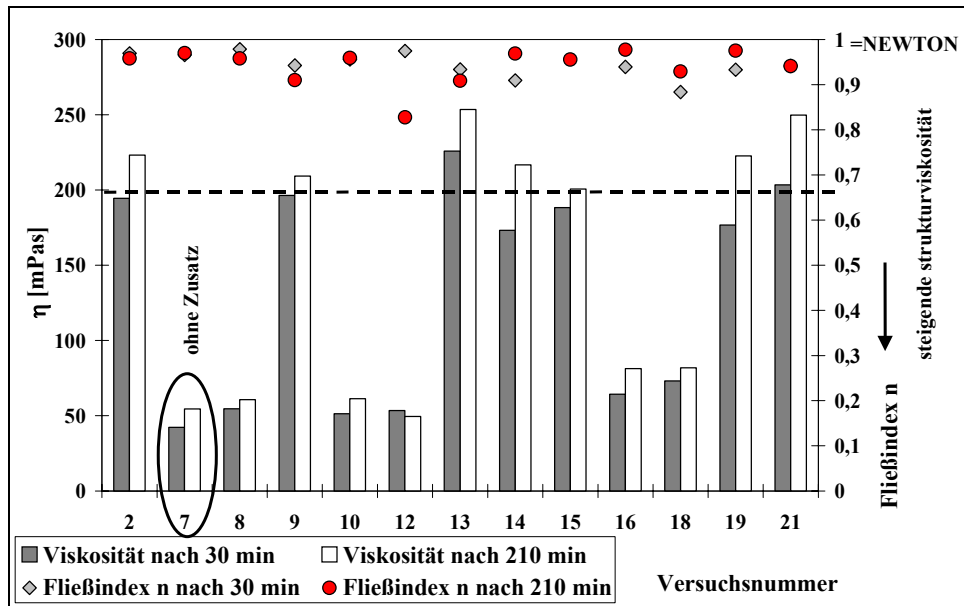


Abb. 6-4: Zeitabhängige Gleichgewichtsviskosität $\eta_{\infty} < 250 \text{ mPas}$ mit Angabe des Fließindex n von Isomalt GS-Suspensionen mit verschiedenen Zusätzen, $T_A = 40 \text{ °C}$

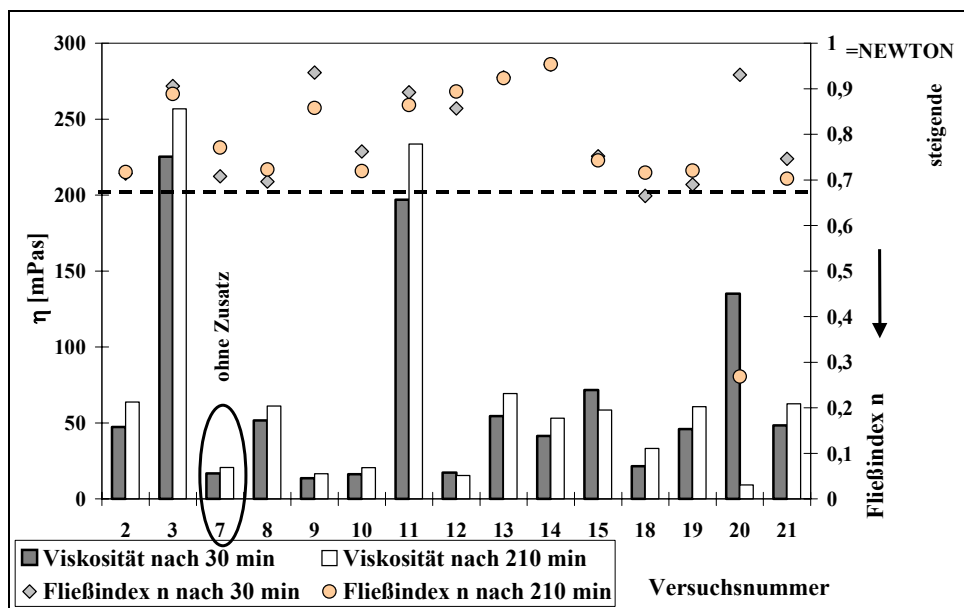


Abb. 6-5: Zeitabhängige Gleichgewichtsviskosität $\eta_{\infty} < 250 \text{ mPas}$ mit Angabe des Fließindex n von Isomalt ST-Suspensionen mit verschiedenen Zusätzen, $T_A = 55 \text{ °C}$

Die maximal berechnete scheinbare Viskosität des Isomalt ST-Komplexes liegt bei 480 mPas (*Versuch 1*) nach 3,5 h Lagerung (Abb. 12-5, Tab. 12-25 und 12-26, Anh. S. XVIII, LIX und LX). Mit Isomalt GS werden Viskositäten $> 2000 \text{ mPas}$ ermittelt (*Versuch Nr. 1, 3, 17*, Abb. 12-6, Tab. 12-27 und 12-28, Anh. S. XIX, LX und LXI). Diese Formulierungen wären für Dragierungen nicht empfehlenswert. Bei beiden Isomalt-Systemen erreichen die Rezepturen mit 1 % CMC (Isomalt GS: *Versuchsnummern 1, 3, 4, 5, 6, 11, 17* und 20 und Isomalt ST: *1, 4, 5, 6, 16* und 17) diese hohen Gleichgewichtsviskositäten. Diese Systeme befinden sich hinsichtlich des Fließindex n in einem engen Spektrum $0,8 < n < 1$, d.h. ihr strukturviskoses Verhalten bleibt innerhalb der 210 min Lagerzeit relativ stabil und ist aufgrund der Rezeptur nicht sehr stark ausgeprägt.

Abb. 6-6 und 12-7 (Anh. S. XIX) geben einen Überblick über den Bereich des Quotienten, gebildet aus den K -Werten. Der Quotient wird gebildet aus dem K -Faktor der letzten Messung nach 210 min und der ersten Messung und gibt den Trend der Alterung des Systems wieder.

Ein Quotient über 1 bedeutet, daß das System während der Lagerung eine Steigerung der Strukturviskosität erfährt. Bei den Isomalt GS-Systemen befindet sich der Quotient hauptsächlich im Bereich zwischen 1 und 1,5. Die Isomalt ST-Systeme weisen nicht nur eine stärkere Schwankungsbreite des K -Quotienten auf, sondern auch einen prozentual stärkeren Anstieg der Viskosität innerhalb 210 min Vorratszeit.

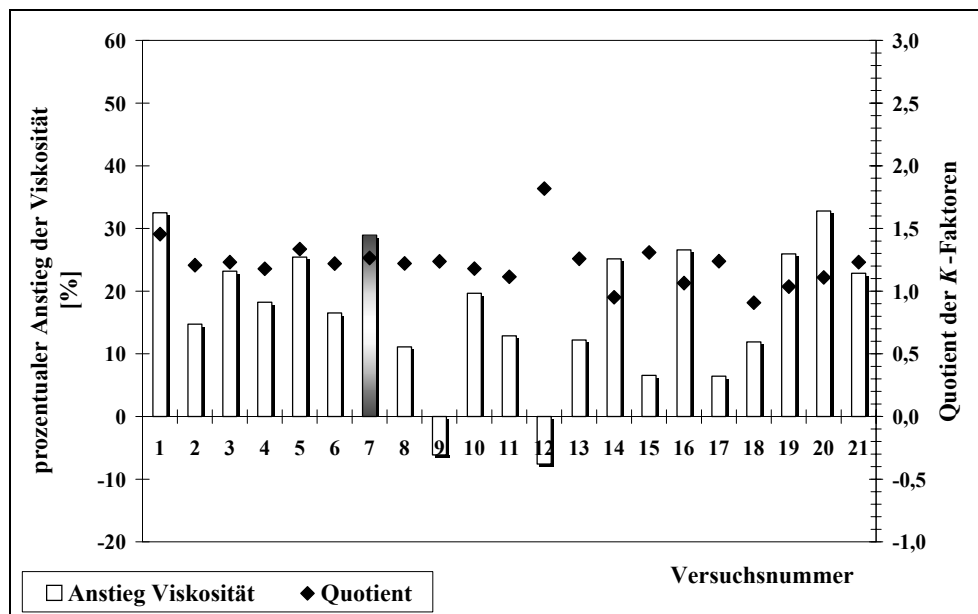


Abb. 6-6: Prozentuale Viskositätsänderung und Entwicklung des K -Faktors von Isomalt GS-Suspensionen innerhalb 210 min Lagerung

Die statistische Auswertung dieser beiden Versuchskomplexe zeigt, daß nur die Kennwerte K -Faktor und Gleichgewichtsviskosität der Isomalt GS-Suspensionen statistisch gesicherte Modelle ergeben. Im Gegensatz dazu zeigen die Isomalt ST-Suspensionen zusätzlich statistisch gesicherte Modelle für den Fließindex n und die Aktivierungsenergie (Tab. 6-3).

Tab. 6-3: Regressionsdaten der Isomalt GS- und Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen

	Isomalt GS		Isomalt ST			
	Viskosität	K -Wert	Viskosität	K -Wert	Fließindex	Aktivierungsenergie
Konstante	0,29	0,613	0,192	0,007	$1,266 \cdot 10^{-13}$	$2,298 \cdot 10^{-9}$
R^2	0,931	0,918	0,951	0,97	0,92	0,966
Adj. R^2	0,90	0,891	0,938	0,94	0,867	0,919
RMS Error	196,23	0,357	28,08	0,0043	0,035	1736,6
Residual df	14	15	16	10	12	8

Die Auswertung mit Hilfe der ‚statistischen Versuchsplanung‘ gibt in Form von Interaktionsgraphen (Wechselwirkungsdiagramme) die Wechselwirkungen der einzelnen Zusätze zueinander an, die sich aus dem jeweiligen Modell ergeben. Anhand der Abb. 12-8 und 12-9 (Anh., S. XX und XXI) wird das Interpretieren dieser Diagramme kurz erläutert. Die Spalten geben die Beein-

flussung an, die durch den jeweiligen Zusatzstoff mit variabler Menge eingesetzt, bewirkt wird. In der Zeile wird die Beeinflussung für drei Zustände (Minimum, Medium, Maximum), des in der Zeile erwähnten Materials, berechnet. Konkret bedeutet dies, daß in Abb. 12-8 (Anh. S. XX) die 1. Spalte mit der 1. Zeile die Beeinflussung der Viskosität durch die Menge *CMC* (Blanose) darstellt; die 2. Spalte mit der 2. Zeile die Menge *Ga* etc.

Wird nun die erste Spalte betrachtet, ist festzustellen, daß der Einsatz von *CMC* unabhängig von der Kombinationen zu starken Viskositäts erhöhungen führt. Diese Erhöhung wird allerdings unterschiedlich beeinflußt.

Die maximale Menge an *TW 60* bzw. *Ga* zeigt eine stärkere Erhöhung der Viskosität als der minimale Einsatz. Bei den anderen Zusätzen ist die Erhöhung unabhängig von den Zusatzmengen. Bis auf wenige Ausnahmen bewirken alle Zusätze eine Erhöhung der Viskosität bei beiden Polyolen. Auffällig sind die Kombinationen, bei denen die Viskosität erniedrigt wird. Diese Erniedrigung wird vorwiegend im Zusammenhang mit dem Zuckerester Sisterna SP 70 mit steigender Einsatzmenge bewirkt. Im Anhang sind die anderen Interaktionsgraphen abgelegt (Abb. 12-10 bis 12-13, S. XXII bis XXV). Grundsätzlich bewirkt jede Zugabe von Hilfs- bzw. Zusatzstoffen eine Erhöhung des jeweiligen Kennwerts. Allerdings ist vereinzelt die Erniedrigung von Werten durch den gesteigerten Einsatz von *TW 60* oder *Sp 70* zu erkennen.

Der Anteil der Beeinflussung der einzelnen Zusätze auf die Kennwerte ist ebenfalls statistisch erfaßt worden (Tab. 12-29, Anh. S. LXI). Dieser Tabelle kann direkt entnommen werden, daß die Viskosität der beiden Polyolsuspensionen hauptsächlich durch *CMC* (Isomalt GS: 76,1 %; Isomalt ST: 92,0 %) und durch *Ga* beeinflußt wird. Das Verhalten dieser Suspensionen ist auf den Hydrokolloideffekt der beiden Polysaccharide zurückzuführen. Diese Beeinflussung ist auch beim *K*-Wert zu erkennen. Der Fließindex der Isomalt ST-Suspensionen wird zu ähnlichen Anteilen durch *Sp 70* (51,5 %) und *TiO₂* (56,9 %) bewirkt. Im Diagramm der Isomalt ST-Suspensionen (Abb. 12-9, Anh. S. XXI) sind nur die abgebildeten Kombinationen statistisch gesichert. Für Isomalt ST-Suspensionen bedeutet dies, daß *Sp 70* und *TiO₂* in keiner Kombination die Viskosität und den Konsistenzfaktor *K* beeinflussen.

Diese Abhängigkeiten lassen sich in ‚Predicted Response Graphs‘ zusammenfassen, die eine Vorusberechnung der zu erwartenden Kennwerte für optimale/gewünschte Ergebnisse ermöglichen. Im Anhang sind solche Diagramme z.B. für die Standardrezepturen von Isomalt GS und Isomalt ST mit 2 % *Ga* und 1 % *TiO₂* hinterlegt (Abb. 12-14 und 12-15, Anh. S. XXVI und XXVII). Die Optimierung dieser Rezepturen ergab folgende Konzentrationen der restlichen Zusätze: 0,3 % *CMC*; 0,05 % *Sp 70* und 0,3 % *TW 60* (Abb. 12-16 und 12-17, Anh. S. XXVIII und XXIX). Die berechneten Kennwerte sind in Tab. 6-4 zusammengefaßt.

Die Daten lassen erkennen, daß Isomalt GS-Systeme immer höhere Viskositäten besitzen als Isomalt ST-Formulierungen. Sie werden durch Zusätze auch wesentlich stärker beeinflusst (starker Anstieg des K -Wertes).

Tab. 6-4: Kennwerte von Suspensionen berechnet mit Hilfe der „statistischen Versuchsplanung“

Kennwert	Isomalt GS-Standard	Isomalt GS-Standard + ZS	Isomalt ST-Standard	Isomalt ST-Standard + ZS
η [mPas]	76	460	31	91
K [kg/ms ²⁻ⁿ]	0,06	0,63	0,13	0,19
n	-	-	0,74	0,8
E_A [kJ/kmol]	-	-	53560	51006

Der Wert der Isomalt GS-Suspension mit der Standardrezeptur ist mit diesem Modell zu niedrig berechnet worden. Um ein absolut gesichertes Modell zu erhalten, müssen weitere Untersuchungen durchgeführt werden. Mit diesen Untersuchungen konnten auf jeden Fall die Ergebnisse und Erkenntnisse der granulometrischen Untersuchungen (s. Kap. 5) bestätigt werden, nämlich, daß die Isomalt ST-Suspensionen dünnflüssiger und auch instabiler sind als die Isomalt GS-Suspensionen.

6.3 Temperaturabhängiges Fließverhalten acht praxisrelevanter Dragiermedien

Durch die Abkühlung der Dragiermedien im Meßsystem werden die Temperaturverhältnisse in der Dragiertrommel simuliert. Hier findet allerdings kein Wassertransport statt, der den Kristallisationsprozeß in der Praxis begleitet.

Die Untersuchung fand im Temperaturbereich von 70 °C abkühlend auf 10 °C mit einer durchschnittlichen Abkühlrate von 0,88 K/min statt. Die konstante Schergeschwindigkeit von 50 s⁻¹ simuliert die Geschwindigkeit von Kaugummikissen in der Dragiertrommel bei 20 min⁻¹.

Die Isomalt ST-Systeme (a, b und c), sowie die Isomalt GS-Lösung mit 70 % Trockensubstanz (d), zeigen einen Viskositätssprung in einem bestimmten Temperaturbereich. Die Isomalt GS-Lösung mit 65 % Trockensubstanz (e), die Isomalt GS-Suspension (f) und beide Maltit-Lösungen (g und h) zeigen einen konstanten Viskositätsanstieg im einfach logarithmischen Diagramm (Abb. 6-7).

Die Viskositätssprünge deuten auf starke strukturelle Veränderungen innerhalb des Systems hin, die auf Kristallisations- und Aggregationsvorgänge zurückführbar sein können. Die in Tab. 6-4 zusammengefaßten markanten Eckpunkte zeigen, daß die Maltit-Lösungen den geringsten Einfluß durch die Temperaturerniedrigung erfahren. Die Isomalt GS-Lösungen werden partiell beeinflusst, wohingegen alle Isomalt ST-Systeme starke Veränderungen erfahren.

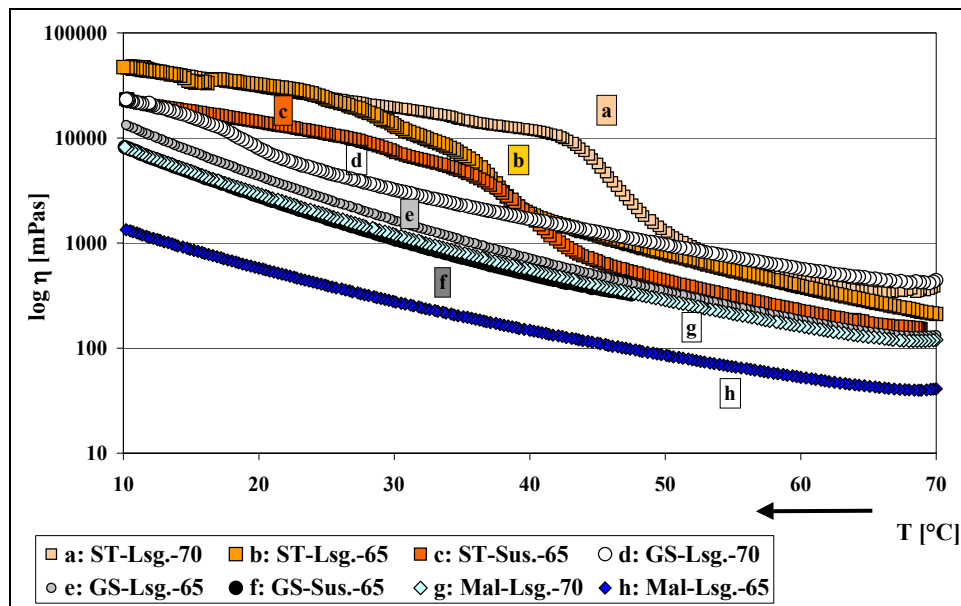


Abb. 6-7: Temperaturabhängige Viskositätsverläufe von Dragiermedien bei $\dot{\gamma} = 50 \text{ s}^{-1}$

Diese Untersuchung erlaubt die Einteilung der Systeme in zwei Gruppen (Tab. 6-5). Die eine Gruppe wird von Systemen gebildet, die in Abhängigkeit der Temperatur eine Phasenumwandlung erfahren wie z.B. die Isomalt ST-Medien (a bis c). Die andere Gruppe besteht aus Medien, die frei von Umstrukturierungsvorgängen sind (e bis h). Der Phasenumwandlungsprozeß wird charakterisiert durch den Knickpunkt bei einer bestimmten Temperatur (Abb. 6-7). Das unterschiedliche Verhalten der beiden Isomalt-Varianten ist durch die unterschiedlichen Verhältnisse der beiden Komponenten 1,1-GPM und 1,6-GPS geprägt. Das Fließverhalten wird durch die tragende Substanz bedingt. Durch die Ermittlung des rheologischen Merkmals der Aktivierungsenergie E_A können zusätzliche Schlußfolgerungen für das Verhalten beim Dragieren erfaßt werden (Tab. 6-5).

Tab. 6-5: Eckdaten der makroskopischen Untersuchung von Dragiermedien im Temperaturbereich von 70 °C bis 10 °C mit konstanter Scherrate von 50 s⁻¹

Nr.	Bezeichnung	TS [%]	$\eta_{70\text{ °C}}$ [mPas]	$\eta_{10\text{ °C}}$ [Pas]	T_{Knick} [°C]	Koeff [mPas]	E_A 10K [kJ/kmol]	R^2
a	ST-Lsg.-70	70	398	49400	46,2	$1,6169 \cdot 10^{-10}$	61464	0,989
b	ST-Lsg.-65	65	211	47200	36,2	$5,3801 \cdot 10^{-10}$	54875	0,993
c	ST-Sus.-65	65	153	23300	34,4	$4,2585 \cdot 10^{-10}$	54568	0,992
d	GS-Lsg.-70	70	444	23300	19,1	$1 \cdot 10^{-12}$	74309	0,985
e	GS-Lsg.-65	65	133	15000	nichts	$3,7851 \cdot 10^{-12}$	66772	0,989
f	GS-Sus.-65	65	325 ¹	23700	nichts	$5,4598 \cdot 10^{-12}$	66987	0,973
g	Mal-Lsg.-70	70	120	8180	nichts	$1 \cdot 10^{-12}$	63142	0,976
h	Mal-Lsg.-65	65	41	1370	nichts	$1,1375 \cdot 10^{-12}$	64032	0,990

¹ Starttemperatur bei 47,5 °C

Verglichen mit der Aktivierungsenergie von Wasser $E_A = 1890 \text{ kJ/kmol}$ wird das Verhalten der untersuchten Systeme durch die gelösten Stoffe charakterisiert. Das System mit $E_A = 74309 \text{ kJ/kmol}$ (GS-Lsg.-70) ist das trägste System, das die geringste Fluidität besitzt. Je geringer die Aktivierungsenergie ist, desto dünner ist das System, weil die Moleküle größere Freiheitsgrade besitzen. Es existiert ein Unterschied in der Packungsdichte, der eine Auswirkung auf die Trocknung beim

Dragieren hat. So deuten die geringen Aktivierungsenergien der Maltit-Lösungen daraufhin, daß die Moleküle von größeren Solvathüllen umgeben sind und das Kristallisieren nicht allein durch Abkühlung eingeleitet werden kann. Es fehlt der Abtransport durch Verdunstung der Wassermoleküle. Für die Systeme mit Phasenumwandlung ist nur die Fließaktivierungsenergie bis zum Eintreten der Umstrukturierung (T_{Knick}) ermittelt worden. Beim Verwenden dieser Systeme findet auch ohne Verdunstung Kristallisation statt. Die Moleküle dieser Systeme nehmen Ordnungen in festen Strukturverbänden ein, in denen keine Freiheitsgrade existieren.

6.4 Oszillationsuntersuchungen von Dragiermedien

6.4.1 Untersuchungen an acht praxisrelevanten Dragiermedien

Die mikrorheologischen Untersuchungen anhand von Oszillationsmessungen sollen Auskunft über die temperaturabhängige Veränderung des Systems ohne äußere Einflüsse geben. Die acht untersuchten Systeme lassen sich in zwei Gruppen einteilen (vgl. Kap. 6.3). Die eine Gruppe wird von den homogenen, einphasigen, fluid bleibenden Systemen gebildet. Die zweite Gruppe besteht aus Systemen mit Phasenumwandlung.

Beide Maltit-Lösungen und die Isomalt GS-Lösung mit 65 % Trockensubstanz sind Systeme, die eine Viskositätserhöhung ohne Verfestigung erfahren (Abb. 6-8, 6-9 und 12-18, Anh., S. XXX). Dieses Erkenntnis konnte bereits mit den unter Scherbeanspruchung abkühlenden Systemen gewonnen werden (s. Kap. 6.3). Das Verlustmodul G'' liegt stetig oberhalb des Speichermoduls G' , d.h. das fluide Verhalten bleibt während der gesamten Abkühlung dominant. Es findet kein Phasenwechsel statt. Es liegen keine Festkörperstrukturen im System vor. Die Isomalt GS-Lösung hat im Gegensatz zu den Maltit-Lösungen einen höheren elastischen Anteil. Dies wird durch den näher gegen Null gehenden Phasenverschiebungswinkel δ wiedergegeben (Tab. 6-6). In beiden Systemen ist ein leichter Anstieg von $\tan \delta$ im untersuchten Temperaturbereich zu verzeichnen, was auf eine Viskositätserhöhung hindeutet.

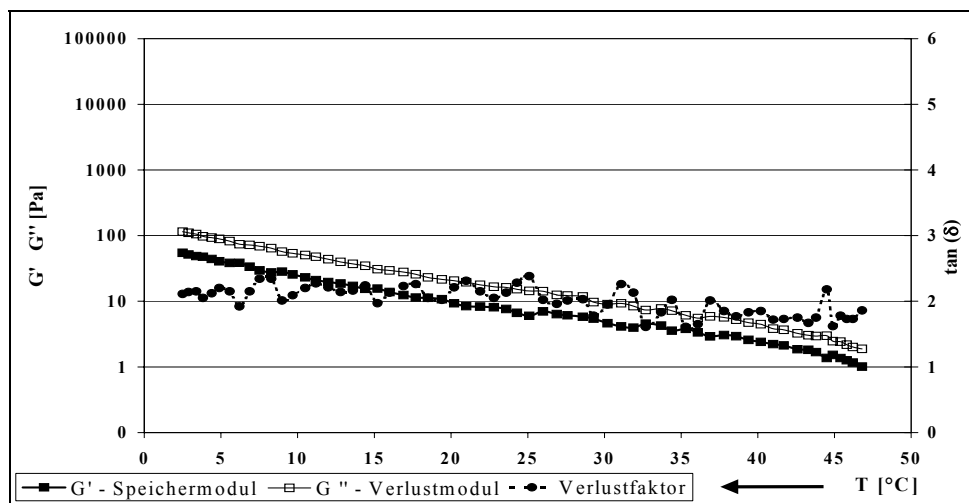


Abb. 6-8: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt GS-Lösung

Die aus den beiden Modulen resultierende Viskosität kann in Form einer Exponentialfunktion (Gl. 20) regressiert werden. Die Regressionsdaten sind in Tab. 12-30 (Anh. S. LXI) zusammengefaßt und zeigen, daß die Isomalt GS-Systeme während der Abkühlung auf 10 °C stärkere Veränderungen erfahren.

$$|\eta|(T) = Ko \cdot \exp\left(\frac{C}{T}\right) \quad (\text{Gl. 20})$$

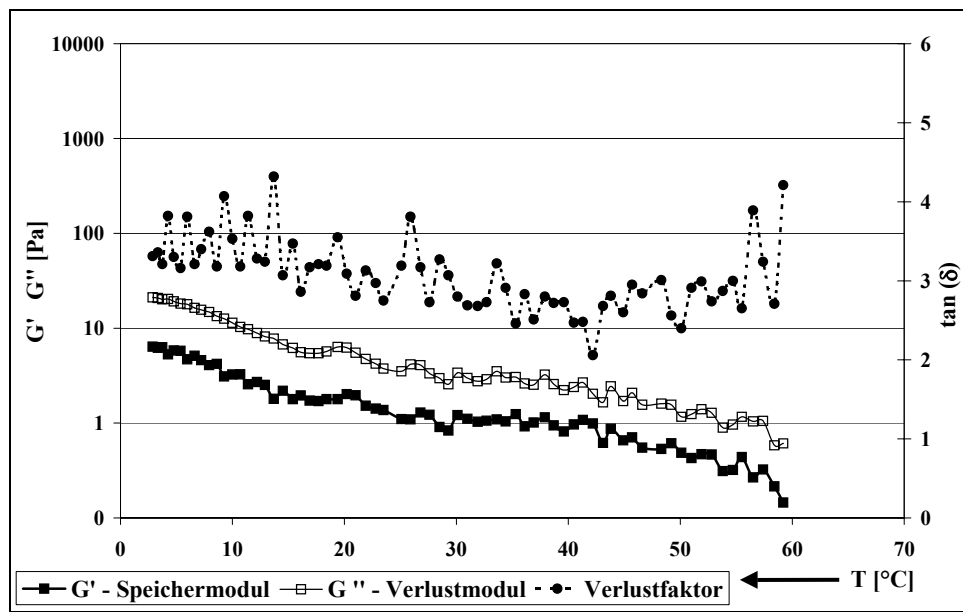


Abb. 6-9: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Maltit-Lösung

Es wird vermutet, daß das Kristallisieren der Lösungen erst durch die Wasserverdunstung (Trocknung) eingeleitet wird. Die Maltit-Lösungen weisen im gesamten Verarbeitungsbereich dominant fluides Verhalten auf. Dieses Verhalten sorgt dafür, daß Maltit-Lösungen auch bei Abkühlungsprozesse anscheinend länger verarbeitbar sind als Isomalt GS-Lösungen. Außerdem wird sich das Trocknungsverhalten der Systeme unterscheiden. Allerdings muß darauf hingewiesen werden, daß entgegen der Theorie der Verlustfaktor $\tan \delta$ der 70 %igen Maltit-Lösung (Abb. 12-18, Anh. S. XXX) größer ist als bei der 65 %igen Lösung, was auf ein flüssiger bleibendes System hindeutet. Wahrscheinlich sind für diese logische Phänomene konzentrationsabhängige Interaktionen, wie sie in der reinen Saccharose bekannt sind, verantwortlich^[142].

Tab. 6-6: Kenndaten zur Charakterisierung des mikrorheologischen Verhaltens von Polyol- lösungen

Bezeichnung	ΔT [K]	T [°C]	$\tan \delta$	$\Delta G'$ [Pa]	$\Delta G''$ [Pa]	Ko [Pas]	C [K]	R ²
GS-Lsg.-65	40	46,8	$2,0 \pm 0,2$	1,0 - 33,5	1,9 - 71,9	20,14	-0,0826	99,4
GS-Lsg.-70	50	59,9	$1,7 \pm 0,5$	1,4 - 395,0	2,8 - 865,0	382,18	-0,1067	98,5
Mal-Lsg.-65	50	59,2	$3,1 \pm 0,4$	0,2 - 3,1	0,6 - 12,6	2,35	-0,0468	94,5
Mal-Lsg.-70	50	59,4	$9,1 \pm 2,4$	0,2 - 6,6	0,9 - 30,3	7,93	-0,0703	98,4

Auch wenn die 70 %ige Isomalt GS-Lösung der ersten Gruppe zugeordnet ist, so besitzt dieses Medium eine Sonderstellung (Abb. 6-10). Die Untersuchung zeigt, daß im Temperaturbereich zwi-

schen 50 °C und 25 °C eine thermische Agitation vorhanden ist, die zur Aggregatbildung führt. Bis ca. 34 °C deutet der Abfall von $\tan \delta$ auf Agglomeratbildung hin. Während der weiteren Abkühlung scheinen sich diese Agglomerate wieder aufzulösen, was durch die Freisetzung von Wasser eingeleitet worden ist.

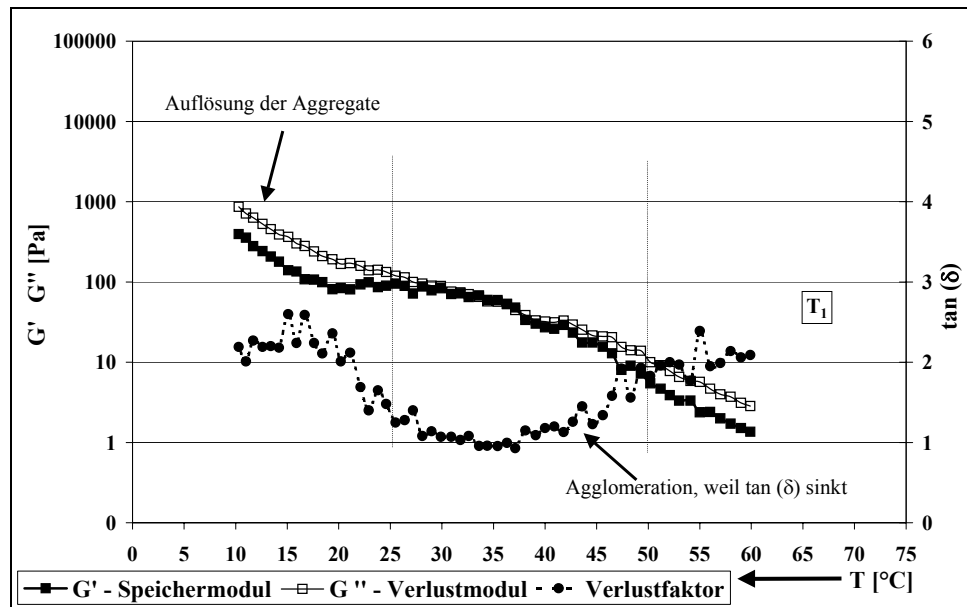


Abb. 6-10: Mikrorheologische Untersuchung einer 70 %igen Isomalt GS-Lösung

Die zweite Gruppe wird von Systemen gebildet, die einen deutlichen Phasenwechsel aufzeigen. Ihr gehören alle Isomalt ST-Lösungen und alle Suspensionen an. Diese Systeme werden durch drei Temperaturen charakterisiert. Diese Temperaturen stellen folgende Eigenschaften dar:

- T_1 – Start der Kristallisation, der durch den Abfall von $\tan \delta$ charakterisiert wird;
- T_2 – Übergang vom fluiden zum elastischen Verhalten;
- T_3 – maximales Verlustmodul, das das Ende der Kristallkeimbildung und des Keimwachstums darstellt.

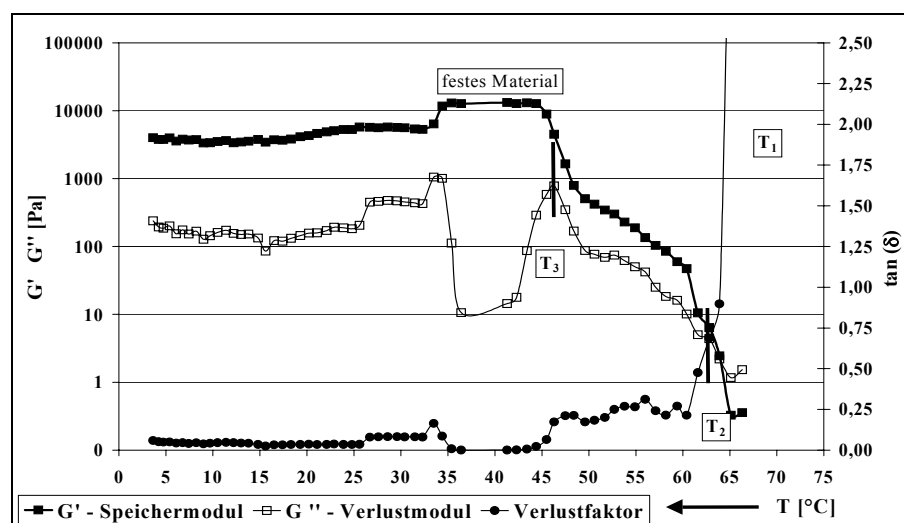


Abb. 6-11: Mikrorheologische Untersuchung einer 70 %igen Isomalt ST-Lösung

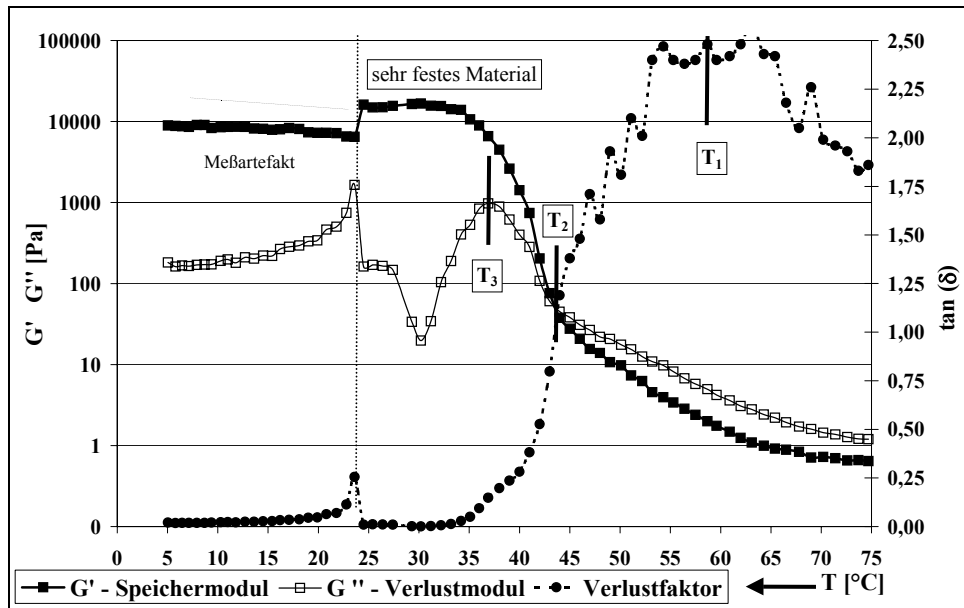


Abb. 6-12: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt ST-Lösung

In Tabelle 6-7 sind alle charakteristischen Merkmale zusammengefaßt. Die Vergleiche der Temperaturen T_1 bis T_3 zeigen, daß die Strukturumwandlung der Isomalt ST-Medien von der Konzentration abhängig ist (Abb. 6-11 bis 6-13). Die Suspension *ST-Sus.-65* erfährt bis 54 °C nur eine Viskositäts-erhöhung (Abb. 6-13). Ab 54 °C setzt wieder die Kristallisation mit Freisetzung von Flüssigkeit ein. Die entstehenden Partikel sind so groß, daß das zur Verfügung stehende Drehmoment nicht ausreicht.

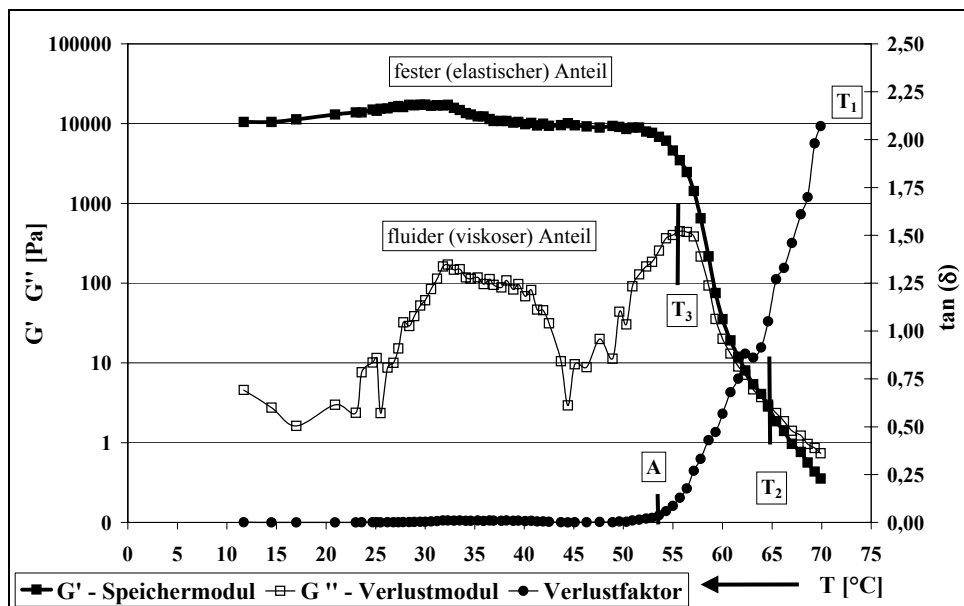


Abb. 6-13: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt ST-Suspension

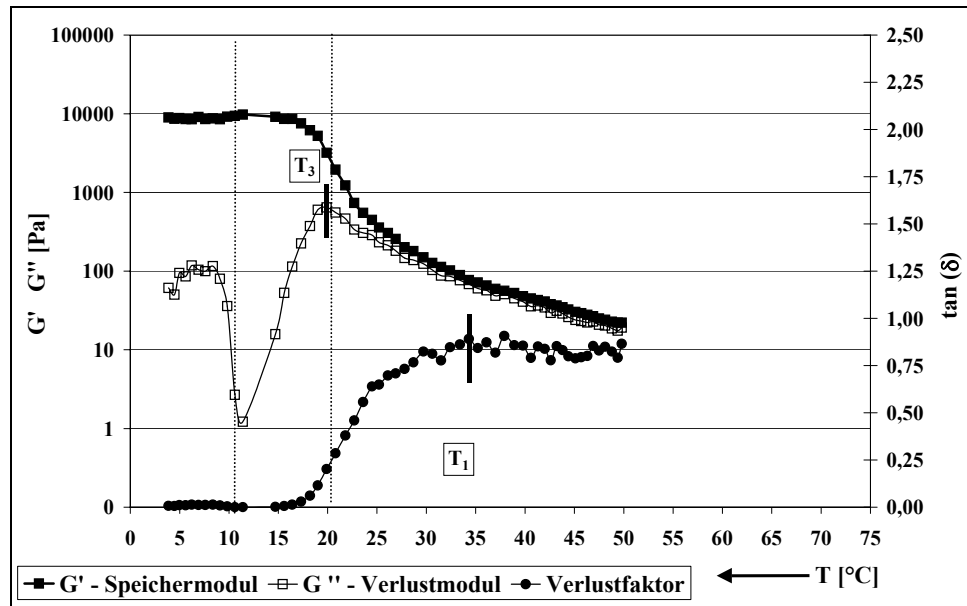


Abb. 6-14: Mikrorheologische Untersuchung einer 65 %igen Isomalt GS/ST-Suspension

Tab. 6-7: Charakteristische Temperaturen der Phasenumwandlungen - T_1 - Start der Kristallisation, T_2 - Phasenübergang und T_3 - Ende der Feststoffbildung

Bezeichnung	T_1 [°C]	T_2 [°C]	T_3 [°C]
ST-Lsg.-65	< 60	44	37
ST-Lsg.-70	sofort	≈ 63	46
ST-Sus.-65	sofort	65	≈ 55
GS-Sus.-65	≈ 33	immer $G' > G''$	20

Das Absinken des Speichermoduls G' aller Isomalt ST-Medien ist auf die Freisetzung von Flüssigkeit durch die Kristallisation zurückzuführen.

Der Vergleich der maximalen Speichermoduls der drei Isomalt ST-Medien mit dem Wert der Isomalt GS-Suspension (Tab. 6-8) deutet auf eine kompaktere Struktur hin, die zu einem „härteren“ Gefüge der Isomalt ST-Systeme bzw. Isomalt ST-Suspension in der Drageedecke führen könnte.

Tab. 6-8: Überblick des maximalen Speichermoduls kristallisierender Dragier-Systeme

Bezeichnung	G'_e [Pa]	G'_{\max} [Pa]
ST-Lsg.-70	8920	16700
ST-Lsg.-65	4010	12728
ST-Sus.-65	10500	17300
GS-Sus.-65	9170	9750

Die gewonnenen Erkenntnisse sind Trends, die weiter verfolgt und vertiefend untersucht werden sollten. Für die Verarbeitung würde sich folgendes ergeben:

Das Ein-Komponenten-System Maltit besitzt die höchste Fluidität, was auf die geringste Packungsdichte und geringste Interaktionen zurückzuführen ist. Unter den hier vorhandenen Bedingungen kann keine Kristallisation stattfinden. Einzig eine Aufkonzentrierung findet statt. Der notwendige Schritt für die Kristallisation ist das Entfernen des Wassers, infolge Trocknung. Die geringe Packungsdichte ist verantwortlich für eine gute Verteilung auf der festen Oberfläche und für lange

Trocknungszeiten. Die Trocknungsbedingungen sind zusätzlich sehr exakt und extrem sensibel einzuhalten, weil die Gleichgewichtszustände eingehalten werden müssen. Ein homogenes Abtrocknen muß stattfinden. Entsteht ein Ungleichgewicht durch einen zu starken Luftstrom oder zu hohe Temperaturen, findet eine ungleichmäßige Trocknung statt, die sich durch örtliche Inhomogenitäten auf der Produktoberfläche bemerkbar machen. Maltit-Lösungen sind damit sehr sensibel gegenüber Trocknungsparametern, aber weniger anfällig gegenüber anderen Verarbeitungsschritten und Prozeßstörungen.

Das Kristallisations- bzw. Fließverhalten des Zwei-Komponenten-Systems Isomalt GS ist stark von der Konzentration abhängig. Die weniger lösliche Komponente sorgt dafür, daß bei einer hohen Sättigungskonzentration erste Phasenumwandlungen zu erkennen sind. Auch wird das Kristallisationsverhalten dem der Maltit-Lösungen sehr ähnlich, wenn der Anteil an Molekülen/Partikeln nicht groß ist. Dies führt zu einer entsprechend empfindlichen Reaktion des Isomalt GS-Mediums gegenüber einer inkorrekten Trocknungsführung. Dieser Effekt konnte bereits bei Verwendung von Dragiermedien bestehend aus Isomalt GS mit unterschiedlichen Gehalten an Partikeln beobachtet werden (s. interne Berichte).

Die Isomalt ST-Medien unterliegen einer sehr raschen Kristallisation, was zu erheblichen Problemen bei der Vorratshaltung, aber auch bei der Verteilung des Mediums führt. Dagegen ist die Trocknung, infolge der rasch eingeleiteten Kristallisation, wesentlich einfacher.

6.4.2 Untersuchung des Einflusses von Zusatzstoffen

Von großem Interesse ist das mikrorheologische Verhalten von Isomalt GS-Medien versehen mit Zusätzen. Die untersuchten Medien sind die gleichen wie in Kap. 6.2.2. Alle Isomalt GS-Suspensionen werden mit Hilfe Oszillationsmessungen untersucht. Im Anhang (S. LXII) in Tab. 12-32 sind die Daten der drei charakteristischen Temperaturen und Angaben über das Verhalten des Verlustwinkels $\tan \delta$ abgelegt. Ein statistisch gesichertes Modell konnte nicht ermittelt werden, aber eine Tendenz ist zu erkennen.

Die 10 Medien, die über den gesamten Abkühlungsbereich flüssig blieben ($G' > G''$), waren nicht nur die dünnsten Systeme, sondern auch diejenigen, die die wenigsten Komponenten enthielten. Diese Systeme enthielten allerdings immer entweder TiO_2 , $Sp\ 70$ oder $TW\ 60$. Diese Beobachtung führt zu der Annahme, daß diese Zusatzstoffe einzeln oder in Kombination das System flüssig halten und somit die Kristallisation erschwert wird. Eine Verarbeitung dieser Systeme ist stark von den Trocknungsbedingungen abhängig.

Bei den untersuchten Isomalt ST-Suspensionen fand bei fast allen Systemen Kristallisation während der Abkühlung von 55 °C auf ca. 10 °C statt (Tab. 12-33, Anh. S. LXII). Dies bestätigt, daß Isomalt ST-Systeme eher zum Kristallisieren neigen als Isomalt GS-Systeme und diese Neigung unabhängig von der Art des Zusatzes auftritt.

6.5 Verhalten von kolloidalen Dragiermedien bei Abkühlung

Fünf einfache, aber praxisrelevante Dragiermedien werden mit einem Torsionsschwingungsmeßsystem gemessen: Maltit (TS = 70 % und 65 %), Isomalt GS (TS = 70 % und 65 %) und Isomalt ST mit TS = 65 % (Tab. 12-34, Anh. S. LXIII). Diese Methode bewirkt keine strukturbeeinflussende, mechanische Beanspruchung im Medium, was das ‚alltägliche‘ Altern von Handdragierungsmedien simuliert und somit die Veränderungen in mit 2 % *Ga* stabilisierten, kolloidalen Suspensionen erfaßt. Die Handdragierung ist noch heute häufig im Einsatz. Sie ist durch extreme äußere Bedingungen, wie lange Standzeiten oder nicht regulierbare Abkühlung der Dragiermedien geprägt. Die Viskosität wird während der Abkühlung von der Prozeßtemperatur (70 °C bzw. 65 °C) auf eine minimale Temperatur von ca. 40 °C bei einer Abkühlung unter Raumtemperatur verfolgt.

Der Viskositätsverlauf dieser fünf Medien ist in Abb. 6-15 dargestellt. Verglichen mit Maltit zeigen die Isomalt GS-Lösungen einen steileren Viskositätsanstieg. Die beiden Isomalt GS-Systeme erfahren im gleichen Temperaturbereich wie die Maltit-Medien eine größere Veränderung ihrer Fließeigenschaft. Diese Trends können durch Mehrfachbestimmungen bestätigt werden. Der Vergleich der beiden 70 %igen Lösungen zeigt nur im Temperaturbereich zwischen 60 °C und 70 °C einen ähnlichen Abkühlverlauf. Während weiterer Abkühlung auf 40 °C steigt die Viskosität der Isomalt GS-Lösung bis auf 253 mPas an. Die Viskosität der Maltit-Lösung steigt nur bis 226 mPas. Während der gesamten Abkühlphase, die bei den 70 %igen Lösungen ca. 110 min dauert, ist in beiden Systemen keine visuelle Änderung, die auf Kristallkeimbildung bzw. -wachstum hinweist, zu beobachten. Der gleichmäßige Abkühlungsverlauf der fünf Lösungen deutet zusätzlich auf homogene Systeme hin, in denen keine Aggregation im untersuchten Bereich vermutet wird. Daher kann angenommen werden, daß die Lösungen problemlos im vorliegenden Temperaturbereich (70 °C bis 40 °C) verarbeitet werden können. Es wird allerdings nicht der Wasserverlust durch Verdunstung und der Einfluß der Sekundärkeimbildung durch Fremdpartikel oder durch mechanische Beanspruchung berücksichtigt.

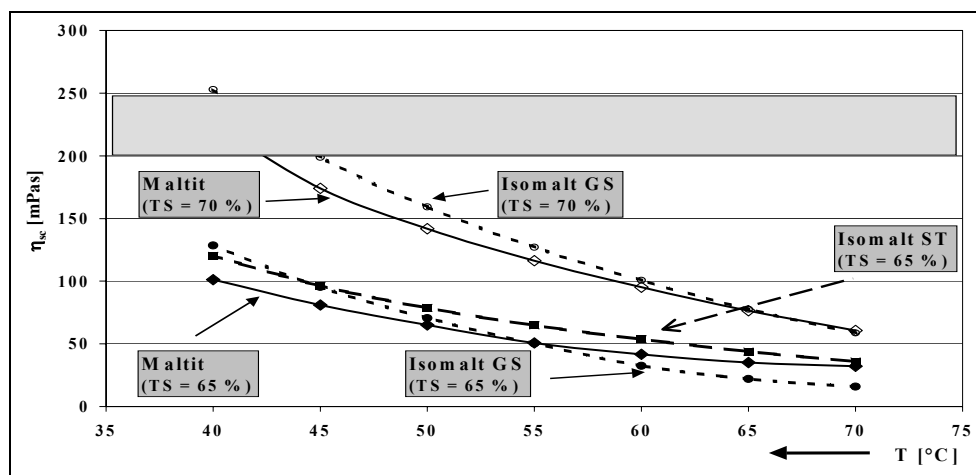


Abb. 6-15: Rheologischer Verlauf von abkühlenden Maltit-, Isomalt GS- und Isomalt ST-Lösungen

Die 65 %ige Isomalt ST-Lösung zeigt eine geringere Temperaturabhängigkeit als Maltit und Isomalt GS, wobei ihre Endviskosität genauso hoch ist wie die der Isomalt GS-Lösung. Im Gegensatz zu den 70 %igen Lösungen erreichen die 65 %igen Polyollösungen die kritisch definierte Viskosität > 200 mPas. Praxisnahe Untersuchungen haben gezeigt, daß Viskositäten bis ca. 250 mPas problemlos verarbeitbar sind. Daraus kann gefolgert werden, daß die untersuchten Systeme unter den vorherrschenden Bedingungen mit den daraus resultierenden Änderungen verarbeitbar bleiben.

6.6 Zusammenfassung der Ergebnisse der rheologischen Untersuchungen

Die rheologischen Untersuchungen sind für das Processing von besonderer Bedeutung. Die Versuchsergebnisse der Spannversuche dienen der optimierten Herstellung und Applikation des Coats. Die durch Oszillationsuntersuchungen gewonnenen Ergebnisse geben direkte Hinweise zu den Systemumwandlungen beim Dragierprozeß wieder. Die ermittelten fluiddynamischen Kennwerte stellen Unikate dar.

Die Eignung der Dragiermedien für den Aufbau der kristallinen Schichten ist bereits durch Vorversuche erkennbar. Die Kristallisation bei Maltit-Systemen ist eine Folgereaktion der Abtrocknung. Dies hat Auswirkungen auf den Prozeßablauf, da spezielle Trocknungsparameter für eine homogene Trocknung verlangt werden. Die verlangte homogene Trocknung hat Auswirkungen auf die Trocknungszeit, die entsprechend andauern muß. Außerdem bewirkt diese Trocknungsführung die Bildung einer kompakteren Kristallschicht, die durch geringen Wassergehalt und daraus resultierender fester Struktur geprägt ist.

Isomalt GS stellt bei gleicher Betrachtungsweise ein intermediäres System dar, das in Abhängigkeit der Konzentration das rheologische und damit übertragen das Trocknungs-/Kristallisationsverhalten wie Maltit mit seinen positiven und negativen Effekten einnehmen kann. Da es sich hier um ein Zwei-Komponenten-System handelt, dessen eine Komponente 1,1-GPM ein Dihydrat ist, wird der Wassergehalt im Endprodukt oberhalb dem von Maltit sein und entsprechende Auswirkungen auf die Härte und Lagerstabilität besitzen.

Bei den Isomalt ST-Medien wirken die zwei Komponenten stärker auf das rheologische Verhalten. Alle Medien sind durch Phasenumwandlungen während einer Temperaturniedrigung geprägt. Dieses Verhalten wird bestätigt durch die Ergebnisse der Stabilitätsuntersuchungen im Kap. 5. Aufgrund dieser komplexen Eigenschaften, zeigen Isomalt ST-Medien eine schwierigere Handhabung im Processing bis zum Versprühen des Mediums auf die Kerne und der anschließenden Trocknung. Es folgt eine rasche Kristallisation, die sich durch starkes Kleben bemerkbar machen kann. Die Vorratshaltung wird aufgrund von starken Veränderungen problematisch sein. Der zeitintensivste Abschnitt des Coats (Trocknung) wird mit diesen Medien bis auf das anfängliche Kleben am einfachsten und schnellsten ermöglicht. Der erhöhte Anteil des Dihydrats wird durch einen höheren Wassergehalt in der Decke einen Einfluß auf die Produktqualität haben. Außerdem

wird durch die früh eingeleitete und schnelle Kristallisation sich eine andere Deckenstruktur ausbilden als bei Maltit und Isomalt GS, was Einflüsse auf die Qualität bedeutet.

Zusätze beeinflussen die rheologischen Kennwerte auf unterschiedlichste Art und Weise, wobei das Hauptcharakteristikum - Phasenumwandlungseffekt von Isomalt ST-Suspensionen - nicht verändert wird. Bei Isomalt GS-Suspensionen bewirken grenzflächenaktive Stoffe, wie TWEEN 60 und Zuckerester Sisterna SP 70 eine bestehenbleibende Fluidität, wie sie bei den Maltit-Lösungen vorzufinden ist. Diese Beeinflussung hat entscheidende Auswirkungen auf die Verteilung und Trocknung/Kristallisation des Prozesses. Der Einsatz von Carboxymethylcellulose bewirkt generell eine Viskositätssteigerung oberhalb der kritischen Viskosität, was für den Prozeß nur negative Effekte bedeutet.

7 Untersuchungsergebnisse des Verhaltens an Grenzflächen

Die Kenntnis der Grenzflächenaktivitäten ist gerade bei einem Beschichtungsprozeß wie dem Dragieren in erster Linie von großer Bedeutung für die Qualität des Prozeßablaufs. Grenzflächenenergieniedrigungen bewirken einen positiven Einfluß auf die Benetzung und den Verteilungsprozeß, verursachen aber erschwerende Bedingungen für die Trocknung. Nachstehend werden die Untersuchungsergebnisse von ein- und mehrphasigen Medien in Abhängigkeit von Zeit, Temperatur und Konzentration aufgezeichnet. Ermittelt wird die Grenzflächenspannung eines Tropfens zum Zeitpunkt $t = 0 \text{ s}$ und sein Verhalten innerhalb von 5 min. Die Messung stellt einen Kompromiß mit der Technologieführung dar.

7.1 Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung

7.1.1 Reine Polyollösungen und -suspensionen

Die Messung der Grenzflächenspannung im Temperaturbereich von 25 °C bis 70 °C von gesättigten Lösungen und Suspensionen mit 10 % und 20 % Feststoffanteil gibt einen Überblick des funktionellen Zusammenhangs des Oberflächenspannungsverhaltens in Abhängigkeit von der Zeit.

Mit Hilfe der Pendant Drop-Methode wurde ein zeitabhängiges Verhalten des Stoffkennwertes ermittelt. Durch Alterung der Oberfläche nimmt in jedem Fall die Oberflächenspannung ab, wobei sich charakteristische Verläufe der Meßkurven ergeben. Dies ist exemplarisch in Abb. 7-1 dargestellt. Für den Dragierprozeß ist es nicht unerheblich, wie die Stoffeigenschaften Viskosität (s. Kap. 6) und Grenzflächenspannung des Dragiermediums sich während der Verteilungsphase (maximal 5 min) verändern. Eine gleichbleibende Grenzflächenspannung bewirkt keine Änderungen im Prozeß, wobei eine ansteigende Grenzflächenspannung den Ablauf erschwert.

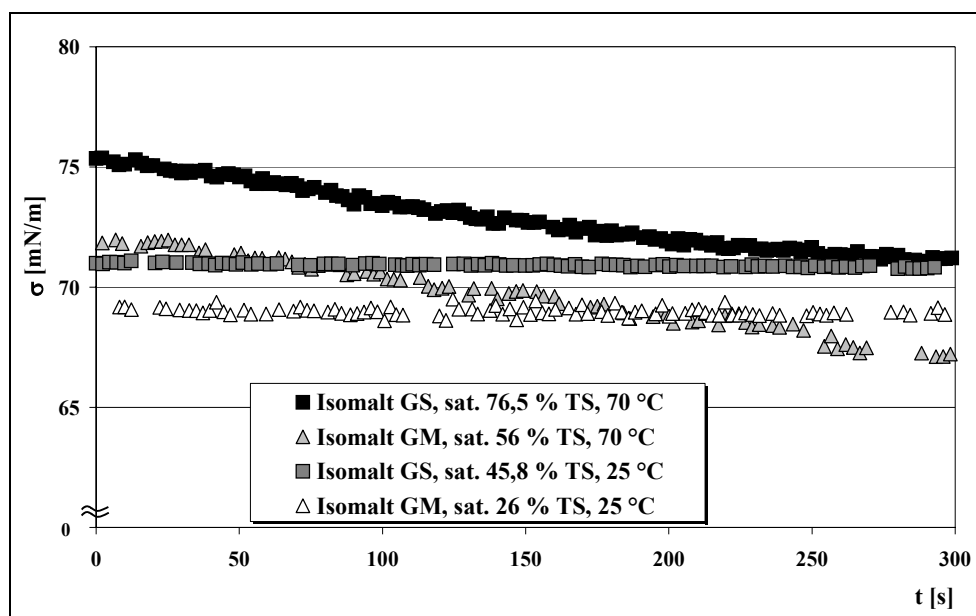


Abb. 7-1: Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von Polyollösungen

Alle untersuchten gesättigten Lösungen und Suspensionen, wie Isomalt GM, Isomalt ST, Isomalt GS, Maltit, Xylit, Sorbit und Saccharose, zeigen eine unterschiedlich ausgeprägte lineare Verringerung der Oberflächenspannung. Exemplarisch ist in der Abb. 7-2 die gesamte Versuchsreihe von Isomalt ST dargestellt, wobei das Level der Oberflächenspannungsreduzierung innerhalb der 5 min Oberflächenalterung unterschiedlich in Abhängigkeit von der Temperatur ist. Bei allen Medien ändert sich die Oberflächenspannung kaum bei Temperaturen $\leq 40^\circ\text{C}$. Bei Isomalt ST und Isomalt GS verringert sich die Oberflächenspannung durchschnittlich um 0,8 %. Bei Isomalt GM sinkt die Oberflächenspannung durchschnittlich um 3,5 % (Tab. 7-1).

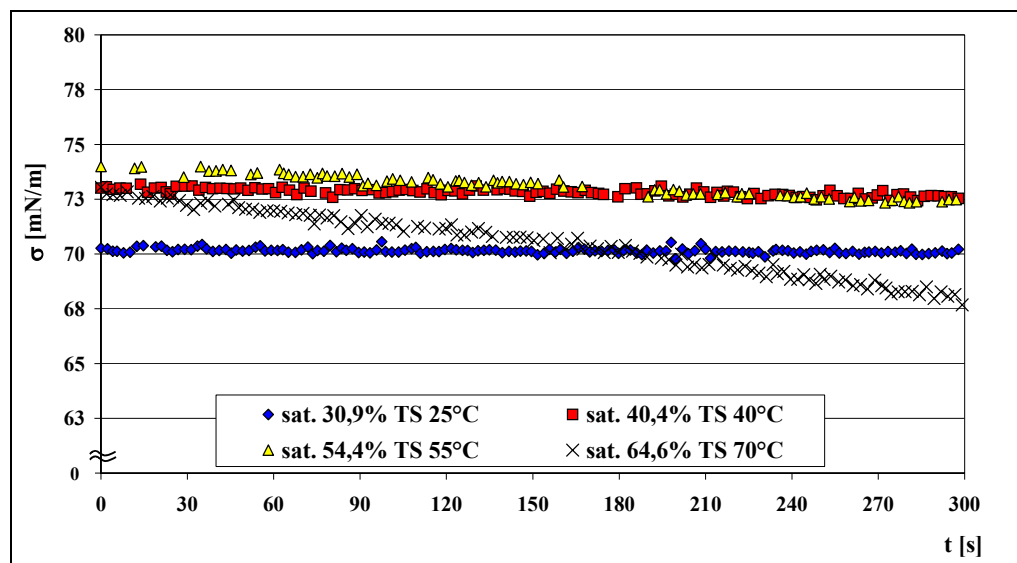


Abb. 7-2: Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von gesättigten Isomalt ST-Lösungen

Innerhalb der Versuchseinstellung wird unmittelbar nach Meßbeginn oberhalb von 55°C ein verstärktes Absinken der Oberflächenspannung detektiert. In den seltensten Fällen wird bei den Systemen mit hoher Temperatur (70°C) trotz höherer innerer Energie der Gleichgewichtszustand erreicht.

Tab. 7-1: Durchschnittliche Oberflächenspannungsverringering von Polyollösungen

Polyol	Verringerung $\leq 40^\circ\text{C}$	Verringerung $\geq 55^\circ\text{C}$
Isomalt GM	3,5 %	2,3 %
Isomalt ST	0,8 %	3,8 %
Isomalt GS	0,8 %	3,8 %
Maltit	2,9 %	3,5 %
Xylit	0,8 %	1,8 %
Sorbit	1,0 %	3,7 %
Saccharose	1,9 %	4,4 %

Für die beobachteten Oberflächenspannungsänderungen kommen in den reinen Lösungen und Suspensionen nur Strukturänderungen der wässrigen Lösungen selbst und der Einfluß der Partikel in Suspensionen in Betracht. Hierbei handelt es sich um eine Wasserabgabe. Die Änderungen in den Suspensionen sind nur Näherungen, da es sich bei ihnen nicht um einphasige Systeme handelt.

Die Ausbildung einer Nahordnung in Form von Clusterbildung bzw. Molekülausrichtung und Aggregation bzw. Sedimentation kann die Ursache für das beobachtete Verhalten sein. Bei höheren Konzentrationen und Temperaturen laufen die Orientierungs- und Strukturierungsvorgänge mit größerer Geschwindigkeit ab (s. Tab. 7-1 und Abb. 7-2). Die Diagramme 7-3 und 7-4 der Oberflächenspannungsreduzierung in Abhängigkeit von Temperatur und Konzentration zeigen für Isomalt ST und Isomalt GS ein Maximum bei 70 °C, das bei Isomalt ST stärker ausgeprägt sind.

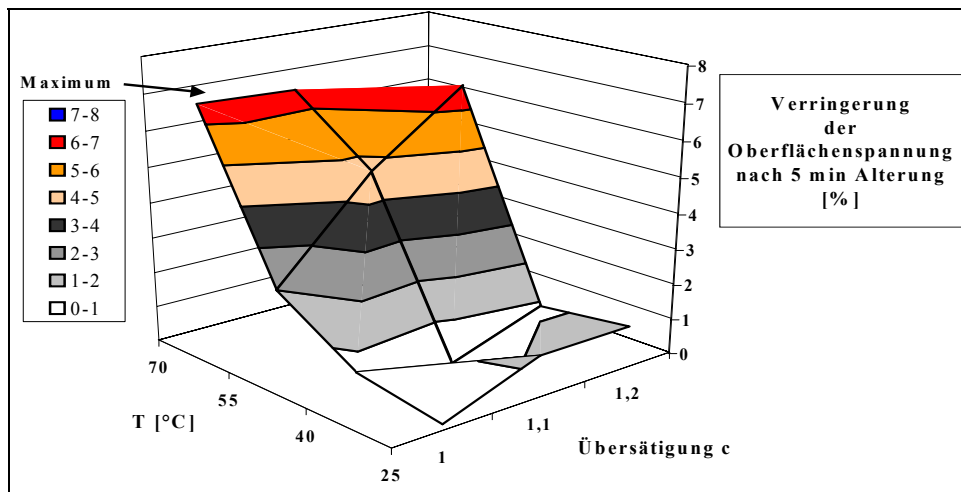


Abb. 7-3: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung reiner Isomalt ST-Lösungen und Suspensionen

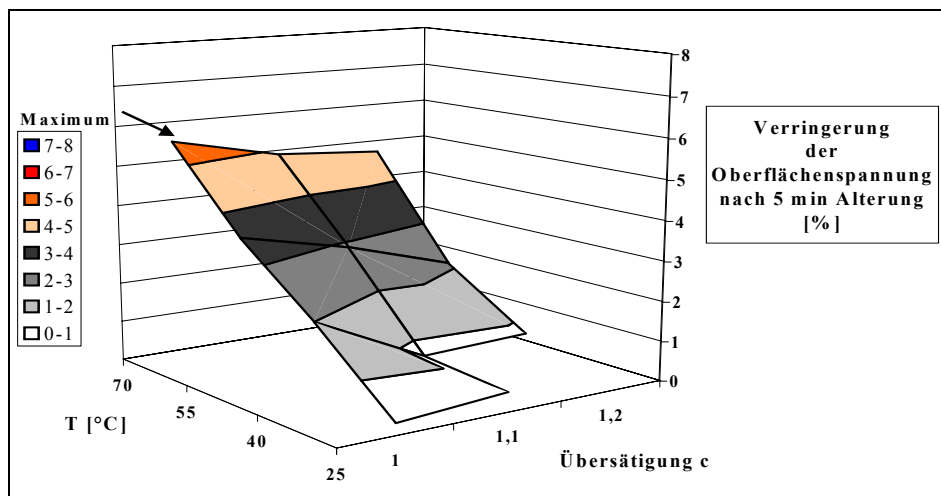


Abb. 7-4: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung reiner Isomalt GS-Lösungen und -Suspensionen

Die Entwicklung, daß bei höchster Temperatur und höchster Konzentration die größte Oberflächenspannungsverringering zu erkennen ist, ist bei allen untersuchten Zuckeralkoholen gleich. Das heißt, die Auswirkungen der Orientierungs- und Strukturierungsvorgänge auf die Oberflächenspannung erreichen bei 70 °C ein Maximum. Bei den beiden Isomalt-Varianten ist diese Reaktion unabhängig von Konzentration und Feststoffgehalt im Gegensatz zu Xylit, Sorbit und Saccharose (Abb. 12-19 und 12-20, Anh. S. XXX und XXXI). Die drei letztgenannten Systeme haben ihr Maximum bei 70 °C der gesättigten Lösungen.

Eine Erklärung für die Erhöhung der Reduzierung kann die Erhöhung der Konzentration sein. Dadurch tritt eine verstärkte Affinität der Moleküle zu den Wassermolekülen ein, indem sie zur Ausbildung einer Hydrathülle beitragen. Dabei werden immer mehr zwischenmolekulare Wechselwirkungskräfte im gleichen Zeitabschnitt kompensiert. Die Oberflächenspannung nimmt schneller ab. Steigt allerdings die Konzentration stark an, stehen immer weniger Wassermoleküle für Orientierungs- und Strukturierungsvorgänge zur Verfügung. Die Moleküle behindern sich gegenseitig bei der Ausbildung der Hydrathülle, da sie um die verbleibenden Wassermoleküle konkurrieren. Dieses Verhalten zeigt sich durch die kleinere Oberflächenspannungsverringerung mit steigender Löslichkeit des Polyols. Das heißt, Sorbit mit der höchsten Löslichkeit zeigt bei 70 °C die geringste Oberflächenspannungsverringerung.

Isomalt GM und Maltit zeigen ein sehr ähnliches Verhalten, das jedoch von den anderen Systemen abweicht. Beide Systeme besitzen zwei Maxima (Abb. 12-21 und 12-22, Anh. S. XXXI und XXXII). Es ist zu erkennen, daß das erste Maximum entsprechend der anderen Systeme bei 70 °C der gesättigten Lösung vorhanden ist und das zweite Maximum bei den Suspensionen bei 40 °C existiert. Die Existenz des zweiten Maximums kann nur so gedeutet werden, daß der Einfluß der strukturierenden Eigenschaften der Partikel in den Suspensionen bei der niedrigen Temperatur größer ist als bei höheren Temperaturen.

7.1.2 Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von Isomalt-Suspensionen mit Zusatzstoffen

Bisher wurde nur das Verhalten von reinen Polyollösungen und –suspensionen diskutiert. Da aber in der Industrie hauptsächlich komplexere Systeme verwendet werden, finden in dieser Arbeit Kombinationen mit *Ga*, *TW 60*, *Xa*, *Sp 70*, *CMC* und Methylcellulose (*MC*) in Isomalt ST-Suspensionen mit 10 % Feststoffanteil Verwendung. Die Untersuchungen erfolgen im Temperaturbereich zwischen 25 °C und 70 °C.

In Abb. 7-5 ist deutlich erkennbar, wie stark die einzelnen Zusätze das Oberflächenspannungsverhalten bei 50 °C beeinflussen. Einerseits wird die anfängliche Grenzflächenspannung im Gegensatz zur reinen Suspension erhöht oder vermindert, andererseits findet eine unterschiedlich starke Beeinflussung des Verhaltens während der Oberflächenalterung statt. Die Binde- und Dickungsmittel *Xa* und *CMC* lassen kaum eine Oberflächenspannungserniedrigung zu. Das Bindemittel *Ga* zeigt bei dieser Temperatur (50 °C) und der vorgegebenen Konzentration immerhin eine lineare Erniedrigung von 4,9 %. *MC*, *Sp 70* und das grenzflächenaktive Polysorbat *TW 60* zeigen ausgeprägte potenziell verlaufende Oberflächenspannungserniedrigungen. Die Zusatzstoffe bewirken unterschiedliche Mechanismen. Die deutliche Verminderung der zuletzt genannten Systeme ist durch die Anwesenheit von oberflächenaktiven Komponenten zu erklären. Durch Diffusion reichern sich diese in der Oberfläche an und setzen dabei die Oberflächenspannung solange herab, bis eine maximale Konzentration dieser Substanz in der Oberfläche erreicht ist.

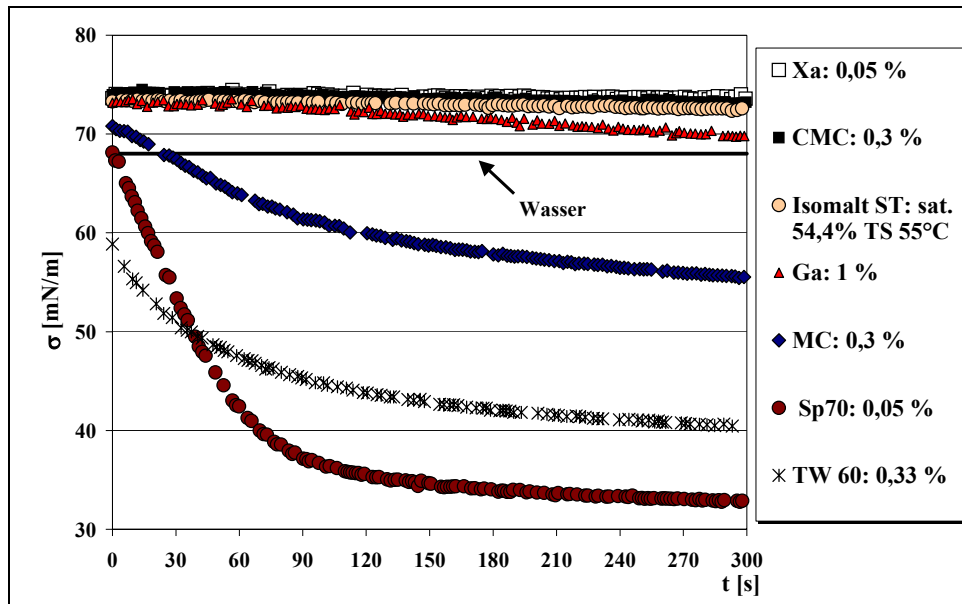


Abb. 7-5: Zeitabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen versetzt mit verschiedenen Zusatzstoffen (50 °C)

Bei den zuerst genannten Dichtungsmitteln finden wie bei den reinen Polyollösungen und -suspensionen nur Strukturänderungen statt.

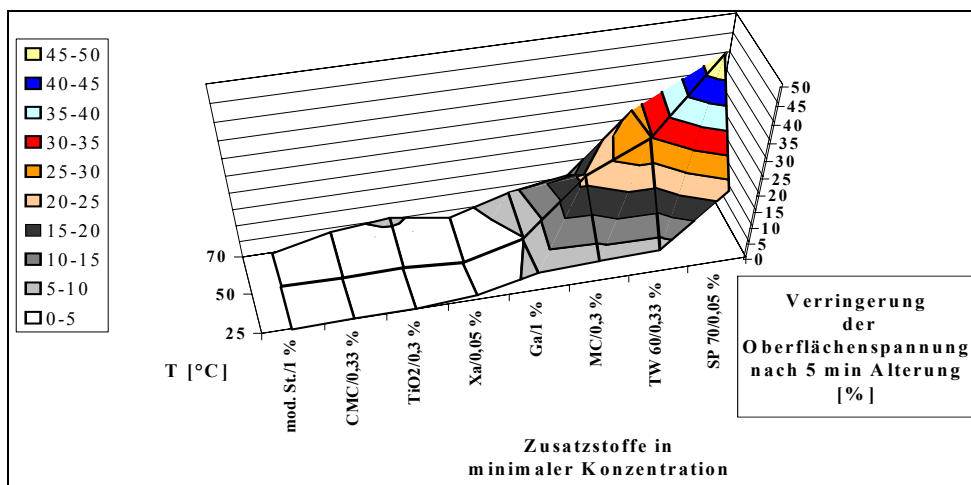


Abb. 7-6: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen mit verschiedenen Zusätzen, minimale Konzentration

Abb. 7-6 zeigt die prozentualen Veränderungen der Oberflächenspannungsreduzierung von Isomalt ST-Suspensionen mit dem Minimalanteil des Zusatzes. Ergänzt wird die Auflistung durch den in Rezepturen gängigen Pigmentfarbstoff Titandioxid (TiO_2) und das Alternativbindemittel modifizierte Stärke (*mod. St.*).

TiO_2 zeigt - wie die Dichtungsmittel - einen fast zu vernachlässigenden Einfluß auf die Reduzierung der Oberflächenspannung im gegebenen Temperaturbereich (durchschnittlich 0,9 %). Für die technische Anwendung interessant sind die Zusätze *Ga* (50 °C: $c_{\min} = 4,9$ % und $c_{\max} = 20,5$ %), *MC* (50 °C: $c_{\min} = 21,6$ % und $c_{\max} = 23,2$ %), *TW 60* (50 °C: $c_{\min} = 29,8$ % und $c_{\max} = 5,3$ %) und *Sp 70* (50 °C: $c_{\min} = 51,8$ %). Diese Zusätze verringern in unterschiedlicher Stärke die Oberflächenspan-

nung, was sich positiv auf das Dragieren auswirkt. Die Verteilung des Mediums auf dem Kern wird vereinfacht. Im Anhang (Abb. 12-23, Anh. S: XXXII) ist die Darstellung des Einflusses der maximalen Menge an Zusatzstoff abgelegt. Bei dieser Darstellung wird deutlich, daß einzig die Erhöhung vom *Ga* zu einem deutlichen Anstieg der Oberflächenspannungsreduzierung führt. Dies zeigt, daß eine Überdosierung nicht zum gewünschten Effekt führt, sondern wahrscheinlich noch eine zusätzliche negative Beeinflussung auf das Endprodukt ausüben wird.

Die Betrachtung wird nicht nur für Isomalt ST-Suspensionen durchgeführt, sondern auch für Isomalt GM- und Isomalt GS-Suspensionen. Abb. 7-7 gibt die Verringerungen der Oberflächenspannung von allen drei Isomalt-Varianten wieder. Dargestellt wird das Verhalten der jeweiligen 10 %igen Suspensionen bei 50 °C mit verschiedenen Zusätzen mit der geringsten Konzentration.

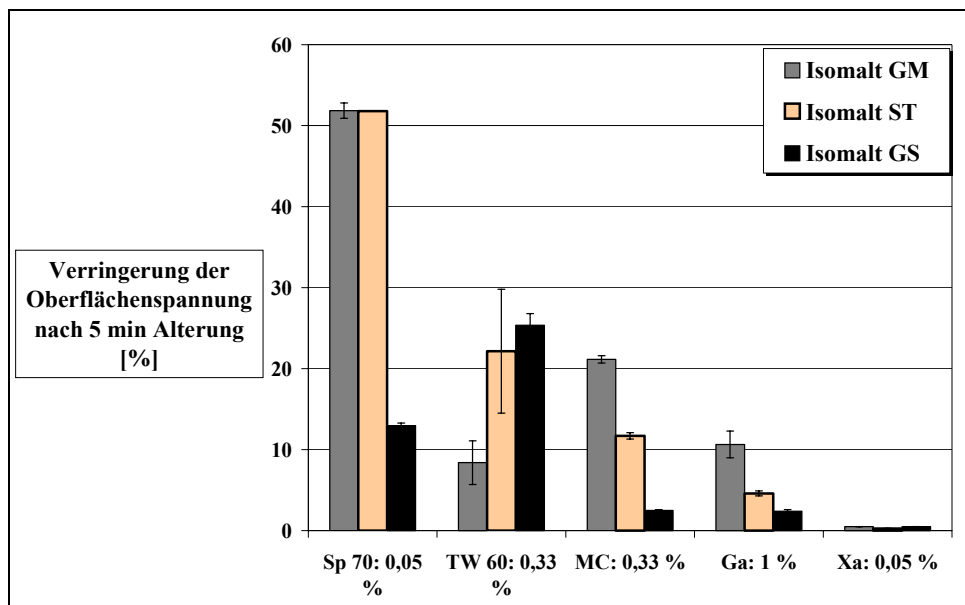


Abb. 7-7: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Isomaltsuspensionen mit unterschiedlichen Zusätzen, minimaler Konzentration

Die Intensität des jeweiligen Einflusses ist nochmals deutlicher in Tab. 7-2 dargestellt. *Sp 70* hat wie erwartet bei den Isomalt ST- und Isomalt GM-Suspensionen den größten Reduzierungseffekt und *Xa* den geringsten.

Tab. 7-2: Auswirkungen von Zusatzstoffen auf die Oberflächenalterung

Polyol/ZS	Sp 70	TW 60	MC	Ga	Xa
Isomalt GM	+++++	+	++	+	≈
Isomalt ST	+++++	++	+	+ / ≈	≈
Isomalt GS	+	++	≈	≈	≈

≈ : fast gleichbleibende Oberflächenspannung

+: pro 10 % Verringerung der Oberflächenspannung

Bei Isomalt GS-Suspensionen finden andere Mechanismen statt. Den einzig wirksamen Einfluß hat *TW 60* und im geringeren Maß *Sp 70*. Der Einsatz von *Ga*, *MC* und *Xa* zeigt kaum Wirkung. Es ist deutlich erkennbar, daß höher konzentrierte Systeme, deren Zusatzstoffmenge an ihre Polyolkonzentration angepaßt wird, wesentlich geringer beeinflusst werden, als weniger konzentrierte Sy-

steme. Es ist daher nicht unerheblich für neue Rezepturen den optimalen Einfluß von Inhaltsstoffen sorgfältig zu erarbeiten, bevor Überfunktionen durch Überdosierungen entstehen.

Nach der detaillierten Aufschlüsselung der komplexen Dragiersysteme ist zu erwarten, daß Isomalt GM-Dragiermedien die geringste Oberflächenspannung aufweisen und durch Zusatzstoffe die stärkste Beeinflussung erfahren werden. Bei Isomalt GS-Medien ist die Beeinflußbarkeit nicht so gegeben.

7.2 Konzentrations- und temperaturabhängiges Verhalten der Oberflächenspannung

7.2.1 Reine Polyollösungen und -suspensionen

Um beim Benetzen während des Dragierens abschätzen zu können, welche Auswirkungen der verwendete Rohstoff bei der vorgegebenen Temperatur und der resultierenden Sättigungskonzentration auf den Prozeß haben wird, wird die Oberflächenspannung von Lösungen und Suspensionen zum Zeitpunkt $t = 0$ s ermittelt. Abb. 7-8 zeigt im Temperaturbereich zwischen 25 ° und 70 °C die Entwicklung der Oberflächenspannung von Xylit und Sorbit (mit höchsten Sättigungskonzentrationen) und Isomalt ST und Isomalt GM (mit niedrigsten Sättigungskonzentrationen). Alle Systeme haben bei 25 °C eine geringere Oberflächenspannung als Wasser. Mit ansteigender Konzentration steigt die Oberflächenspannung, wie bereits für Saccharose-Medien^[142] bewiesen wurde. Da in diesem Untersuchungsfeld nur gesättigte Systeme bei der entsprechenden Sättigungstemperatur untersucht werden, kann nicht eindeutig auf den Einfluß der Temperatur geschlossen werden, d.h. ob durch Erhöhung der Temperatur die Oberflächenspannung sinkt. Einzig die Messungen bei 70 °C deuten darauf hin, daß hier die Temperatur einen größeren Einfluß auf die Grenzfläche ausübt als die Packungsdichte der Sättigungskonzentration. Das Oberflächenspannungsverhalten von Xylit ist abweichend vom erwarteten Verhalten, d.h. trotz geringerer Löslichkeitskonzentration als Sorbit, bezogen auf g/l, liegt die Oberflächenspannung der gesättigten Lösungen bei 55 °C mit 85,8 mN/m oberhalb der von Sorbit. Die beiden Isomaltlösungen haben sehr ähnliche Oberflächenspannungslevel. Die Oberflächenspannungswerte der Kohlenhydrate Isomalt GS, Maltit und Saccharose befinden sich innerhalb des Levels von Sorbit und Isomalt GM. Abb. 7-8 gibt zusätzlich die Überprüfung des Meßsystems (Pendant Drop-Methode) mit der Plattenmethode mit Wasser wieder.

Der Bereich, der sich durch den Einfluß der Partikel der Suspensionen ergibt, ist durch die Fehlerbalken angegeben. Die Oberflächenspannung wird trendmäßig durch die Erhöhung der Partikelkonzentration herabgesetzt, z.B. Isomalt GS von $\sigma_{sat., 25\text{ °C}} = 71,4$ mN/m auf $\sigma_{FS=20\%, 25\text{ °C}} = 66,6$ mN/m (Tab. 12-35, Anh. ab S. LXIII).

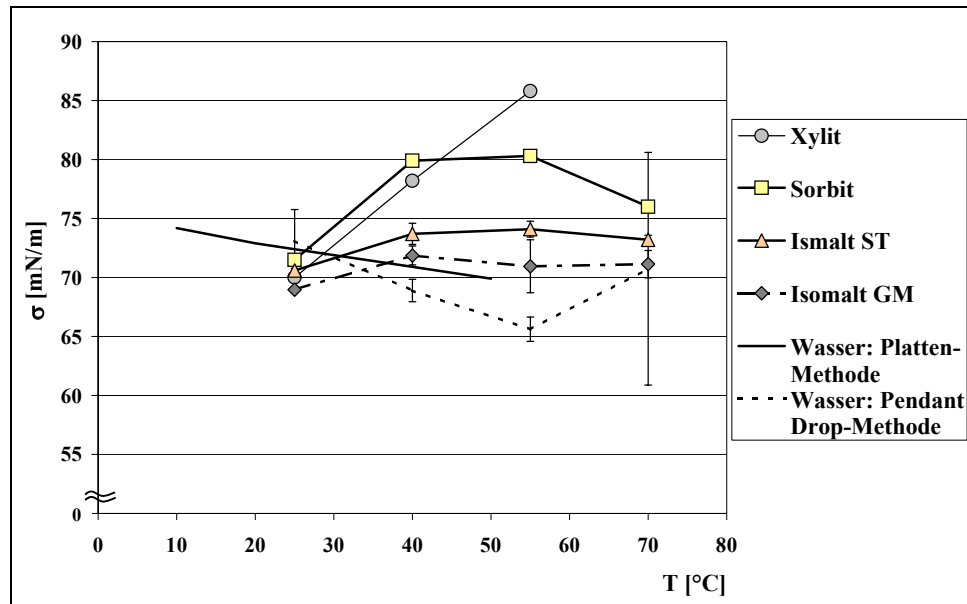


Abb. 7-8: Oberflächenspannung von Xylit-, Sorbit- Isomalt ST- und Isomalt GM-Lösungen und die Überprüfung des Meßsystems (Pendant Drop- vs. Plattenmethode)

Das Ausmaß der Verringerung korreliert mit dem Anstieg der Sättigungskonzentration, d.h. mit steigender Sättigungskonzentration steigt auch die Differenz zwischen der Oberflächenspannung bei 25 °C und bei 55 °C. Die Oberflächenspannungserniedrigung bei 70 °C ist nicht berücksichtigt.

Weil die Entwicklung der Oberflächenspannung im vorgegeben Temperatur- und Konzentrationsfeld nicht eindeutig dem in der Literatur beschriebenen Verhalten von Kohlenhydraten, wie z.B. Saccharose zugeordnet werden kann, wurden Vergleichsmessungen von 10 %igen Isomalt ST- und Isomalt GS-Lösungen im Temperaturbereich von 10 °C bis 50 °C mit der Plattenmethode an der TU Braunschweig durchgeführt. Für die Isomalt ST-Lösung ergibt sich bei 20 °C ein Wert der Oberflächenspannung von 74,2 mN/m, der konstant blieb. Der Wert der Isomalt GS-Lösung beträgt 73,8 mN/m. Die Oberflächenspannungen der beiden Lösungen liegen bei jeder Temperatur oberhalb des Wertes von Wasser (z.B. $\sigma_{20\text{ °C}} = 72,9\text{ mN/m}$). Unter den gegebenen Umständen ergeben beide Methoden (Plattenmethode vs. Pendant Drop-Methode) absolut vergleichbare Ergebnisse (Abb. 7-9). Die Fehlerbalken geben die Schwankung zwischen den beiden Methoden von maximal 0,8 % wieder.

Neben der Erkenntnis, daß sich die Isomaltlösungen genau nach den bisherigen Erkenntnissen verhalten, wird zusätzlich gezeigt, daß Isomalt GS grenzflächenaktive Substanzen enthält. Die Reinigung des Isomalt GS wird mit einem Lösungsmittel (n-Heptan/Dichlormethan 1:1) in einer WICKBOLD-Apparatur mittels „Ausblas-Verfahren“ durchgeführt. Das gereinigte Isomalt GS zeigt eine um ca. 0,5 % höhere Oberflächenspannung als das Handelsprodukt. Da es sich hier um eine 10 %ige Lösung handelt, wird der Einfluß der grenzflächenaktiven Stoffe in höher konzentrierten Lösungen stärker ausgeprägt sein.

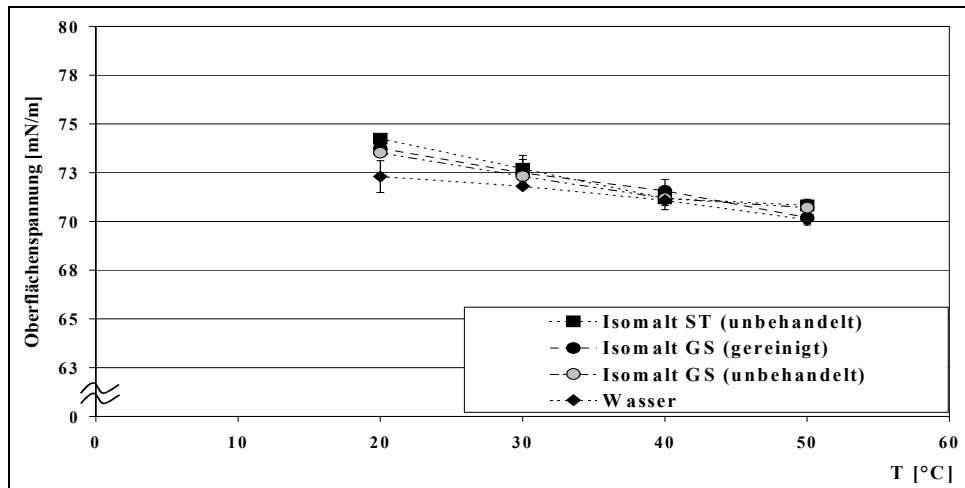


Abb. 7-9: Meßergebnisse der optischen Methode mit Angabe der Abweichungen der Vergleichsmessung mittels Plattenmethode

7.2.2 Grenzflächenspannung von Isomaltsuspensionen mit Zusätzen

Isomalt ST-Suspensionen mit 10 % Feststoffanteil zeigen korrelierend zu den Untersuchungsergebnissen der Reduzierung der Oberflächenspannung in Abhängigkeit vom Zusatzstoff einen niedrigeren Einfluß auf die Grenzflächenspannung (Abb. 7-10).

TW 60 mit $\sigma_{25\text{ °C}} = 43,2 \text{ mN/m}$ und *Sp 70* mit $\sigma_{25\text{ °C}} = 46,3 \text{ mN/m}$ haben die größte Wirkung auf die Oberflächenspannung bei Isomalt ST-Suspensionen. *Ga* mit $\sigma_{25\text{ °C}} = 63,7 \text{ mN/m}$ und *MC* mit $\sigma_{25\text{ °C}} = 53,0 \text{ mN/m}$ besitzen etwas geringere Auswirkungen auf die im Medium herrschenden energetischen Zustände. Gleichbleibende Grenzflächenspannung bzw. etwas ansteigende Werte bewirken die restlichen Polysaccharide (*CMC* und *Xa*) und TiO_2 . Alle Zusätze haben bei 25 °C im Vergleich zu den anderen Temperaturen den größten Effekt.

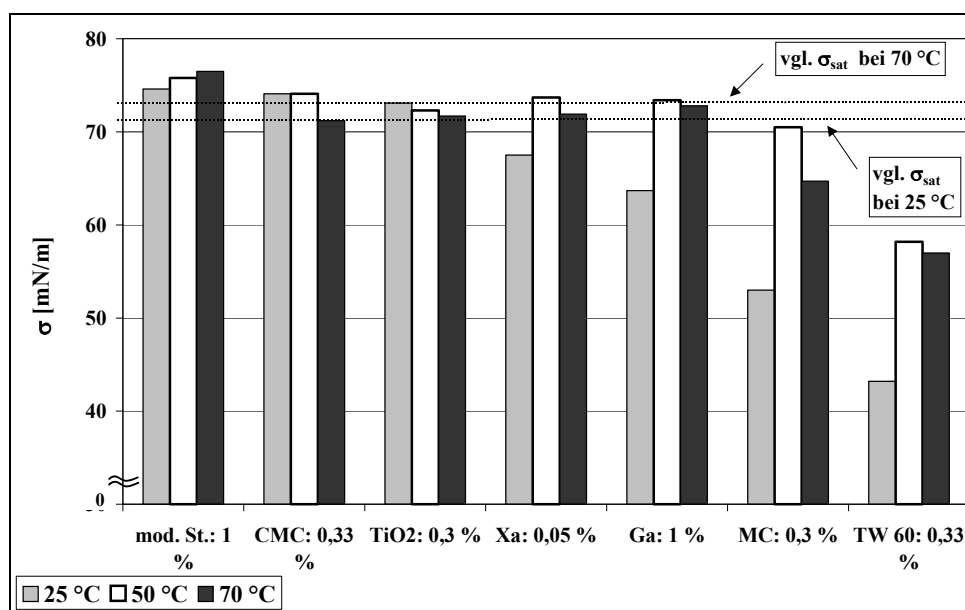


Abb. 7-10: Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen im Temperaturbereich 25 °C bis 70 °C mit unterschiedlichen Zusatzstoffen

In Abb. 7-11 ist der Einfluß der verschiedenen Zusätze auf die 10 %igen Suspensionen der drei Isomalt-Varianten dargestellt. Die Beeinflussung steigt wie erwartet mit sinkender Sättigungskonzentration des jeweiligen Polyols.

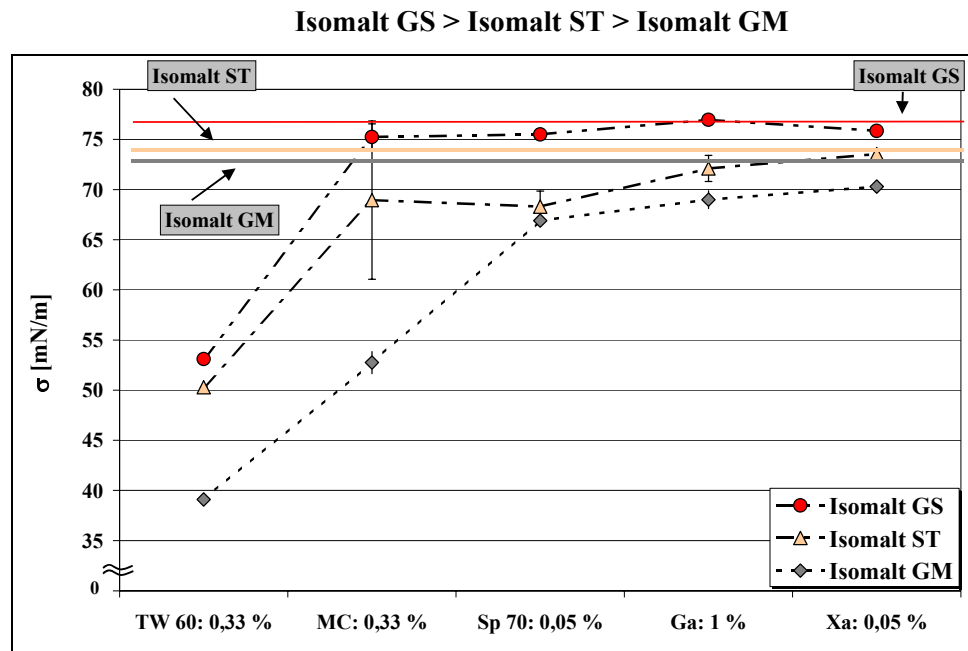


Abb. 7-11: Einfluß von Zusätzen auf die Oberflächenspannung von Isomalt-Suspensionen (50 °C)

Im Anhang sind alle Meßwerte tabellarisch zusammengefaßt (Tab. 12-36, S. LXIV).

7.3 Benetzbarkeit von Kaugummikernen

Für das Dragieren ist nicht nur von Bedeutung, wie sich das flüssige Medium verhält und welche Energien herrschen, sondern auch, wie sich der Festkörper benetzen läßt.

Der Kontaktwinkel wird durch die Kerngeometrie, die Oberflächenbeschaffenheit und die chemische Zusammensetzung des Kerns beeinflusst. Er ist eine weitere Stoffeigenschaft.

Es werden vier verschiedene Kaugummikernoberflächen näher untersucht. Sie werden unterschiedlichen Behandlungen unterzogen und im Anschluß wird mit Wasser der Kontaktwinkel ermittelt.

Aus den Abb. 7-12 und 7-13 ist deutlich erkennbar, daß eine Oberflächenbehandlung den Kontaktwinkel und damit die Benetzbarkeit deutlich beeinflusst. Ohne Vorbehandlung zeigen alle Kernarten eine sehr schlechte Benetzbarkeit, die durch den anfänglichen Kontaktwinkel $\theta > 90^\circ$ wiedergegeben wird (vgl. Abb. 12-24 und 12-25, Anh. S. XXXIII). Alle vier Kernsorten zeigen innerhalb 60 s Meßzeit eine mehr oder weniger ausgeprägte Tropfenbewegung, die durch die Oberflächenrauigkeit beeinflusst wird. Innerhalb dieser Meßzeit erreicht der Kontaktwinkel von Kern *KIV* einen Wert von $\theta < 90^\circ$, was auf die sehr stark gekrümmte Oberfläche zurückzuführen sein kann. Der Tropfen fließt auseinander. Kern *KII* zeigt keine Änderung. Auf den Kernen *KI* und *KIII* kann der Tropfen ebenfalls auseinander fließen (spreiten), wobei ein anderes Verhalten zu erkennen ist.

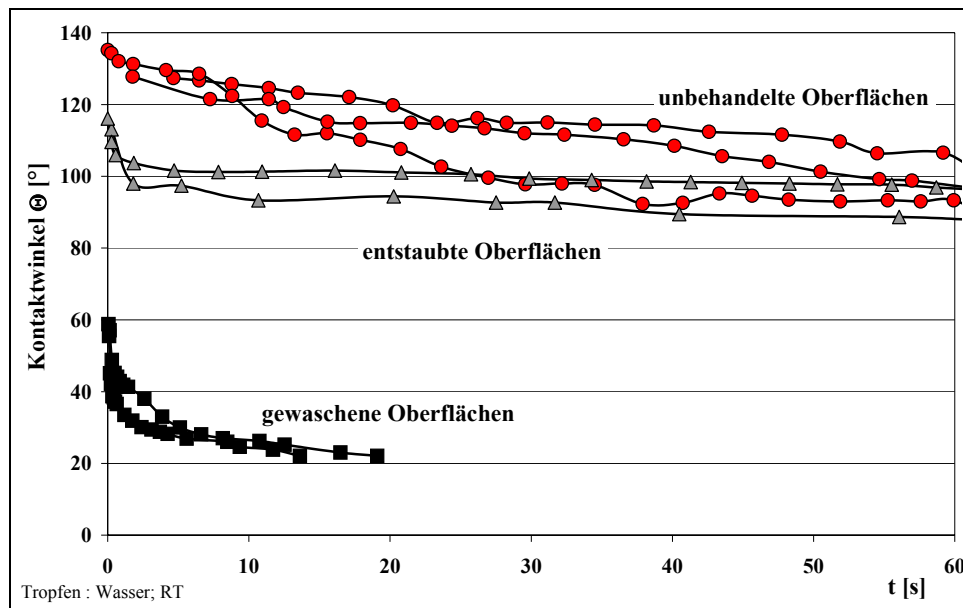


Abb. 7-12: Tropfenverformung auf unterschiedlich behandelten Oberflächen – Kerntyp KI

Das Entstauben bzw. Glätten der Rohlinge, das auch am Anfang des Dragierprozesses stattfindet, verbessert zwar die Benetzbarkeit, aber die ermittelten Kontaktwinkel betragen $> 90^\circ$ (Tab. 7-3). Durch das Entfernen des Talkums mit Wasser wird die Benetzbarkeit besonders des Kern KI positiv beeinflusst. Dies kann auf das Freisetzen einiger Inhaltsstoffe zurückzuführen sein. Das würde bedeuten, daß die wasserlöslichen Komponenten des Kaugummis den Wassertropfen aufsaugen und sich daher die starke Verringerung des Kontaktwinkels auf $\Theta = 60^\circ$ durch Transportprozesse/Diffusion ergibt.

In diesem Fall, wäre für den Prozeß und die resultierende Produktqualität ein nachteiliges Verhalten erzielt worden, weil durch die Erhöhung der Wasseraufnahme die Lagerstabilität vermindert werden würde.

Tab. 7-3: Kontaktwinkel von Wasser auf vier Kaugummikernen unterschiedlicher Oberflächenbehandlung

Kern	unbehandelt $\Theta [^\circ]$	STABW	entstaubt $\Theta [^\circ]$	STABW	gewaschen $\Theta [^\circ]$	STABW	vorgummiert $\Theta [^\circ]$	STABW
KI	131,4	3,5	114,6	2,1	60	1,1	-	-
KII	113,1	2,2	98,1	2,2	-	-	-	-
KIII	135,4-120,3	-	81,5	2,9	92-98,8	-	80,2	5,4
KIV	117	5	106,8	5,7	-	-	-	-

Bei Kerntyp *KIII* wurde lediglich eine Verstärkung der Oberflächenrauigkeit erkannt. Die Kapillarkräfte der Kernoberfläche sind geringer als bei *KI*. Es kann darauf geschlossen werden, daß weniger hydrophile Stoffe in der Gum Base enthalten sind. Das läßt vermuten, daß die Zusammensetzung der Kaugummikerne und die Struktur der Gum Base nicht nur ausschlaggebend für die Benetzung und Verteilung des Tropfens sind, sondern auch für die Diffusion der wäßrigen Komponente des Dragiermediums, was gerade während des ersten Aufsprühens vorkommt. Dies beeinflusst zusätzlich, neben den Kristallisationseigenschaften des Polyols, die Qualität des Endprodukts.

Am Kerntyp *KIII* kann der Effekt des Vorgummierens erörtert werden (Abb. 7-13). Hier ist eine eindeutige Verbesserung der Benetzung zu erkennen. Der Kontaktwinkel zum Zeitpunkt $t = 0\text{ s}$ beträgt $\Theta = 80,2^\circ$, was einer Erniedrigung um durchschnittlich 37,2 % gegenüber der unbehandelten Oberfläche und ca. 16 % gegenüber der entstaubten Oberfläche bedeutet. Es ist ein charakteristischer Verlauf der Tropfenbewegung (Tropfenspreitung) auf der hydrophobierten Oberfläche zu erkennen, der den Verteilungsprozeß des flüssigen Mediums auf dem Kern über den gesamten Zeitraum unterstützt. Zudem hat der frische Auftrag einen zusätzlichen positiven Effekt. Er sorgt für die Versiegelung des Kerns, schützt also vor weiterem Eindringen von Wasser, was am Anfang der Dragierung stattfinden kann.

Die durchgeführten Untersuchungen zeigen, daß es sinnvoll ist, die Kaugummikerne vor Gebrauch zu behandeln, um den Verarbeitungsprozeß zu beschleunigen und die Oberflächenqualität zu verbessern. Die beste Beeinflussung wird durch eine Vorgummierung erzielt, die wenig Zeit vor dem eigentlichen Dragieren in Anspruch nimmt. Ausreichend ist eine 2 %ige Gummi arabicum-Lösung, die vor dem eigentlichen Prozeß auf der Oberfläche gut getrocknet sein muß.

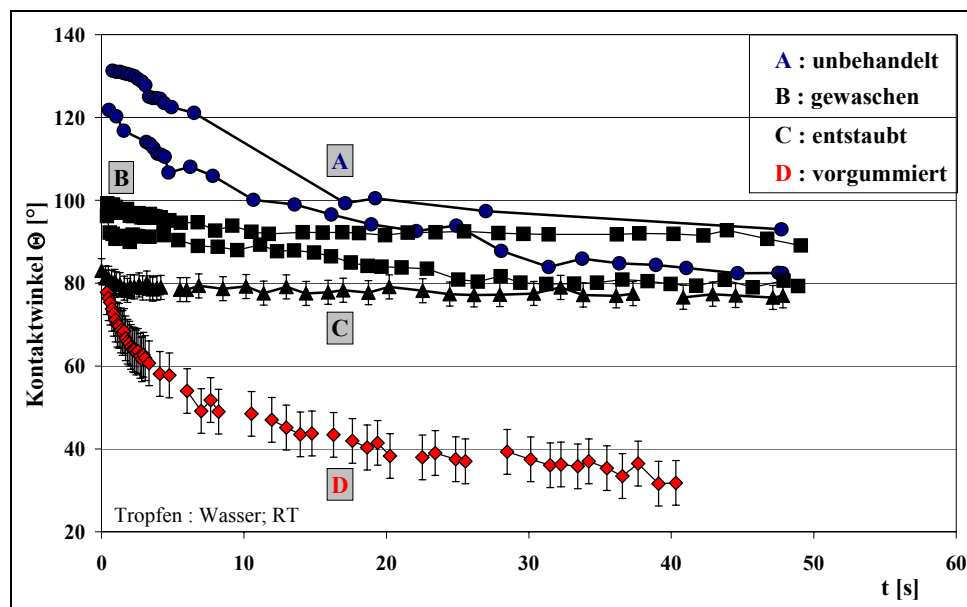


Abb. 7-13: Tropfenverformung auf unterschiedlich behandelten Oberflächen – Kerntyp *KIII*

7.4 Zusammenfassung der Ergebnisse der Untersuchungen an Grenzflächen

Insgesamt haben alle gesättigten Lösungen mit $T \geq 40^\circ\text{C}$ eine größere Oberflächenspannung als Wasser ($\sigma_{20^\circ\text{C}} = 72,9\text{ mN/m}$). Bei 25°C ist die Oberflächenspannung aller Lösungen kleiner als beim Wasser, was auf grenzflächenaktive Inhaltsstoffe hinweist. Allerdings haben eventuell grenzflächenaktive Stoffe nur bei 25°C einen solchen Einfluß.

Der Anstieg der Oberflächenspannung korreliert mit dem Anstieg der Löslichkeitskonzentration der Zuckeralkohole (Isomalt GM < Isomalt ST < ... < Sorbit < Xylit). Alle untersuchten Systeme zeigen den gleichen untypischen Abfall der Oberflächenspannung bei 70°C , was auf veränderte

Beeinflussung der Strukturbildung im System zurückzuführen ist. Die Suspensionen mit 10 % und 20 % Feststoffanteil verhalten sich im vorgegeben Temperaturbereich genauso wie die gesättigten Lösungen. Der einzige Unterschied besteht darin, daß mit steigendem Feststoffgehalt die Grenzflächenspannung etwas verringert wird. Bei der Reduzierung der Oberflächenspannung während der Alterung (5 min) ist die gleiche Entwicklung der Oberflächenspannung zu beobachten, d.h. bei höchster Temperatur und höchster Konzentration der einzelnen Zuckeralkohole ist die größte Oberflächenspannungsverringering zu erkennen. Dies ist darauf zurückzuführen, daß die Auswirkungen der Orientierungs- und Strukturierungsvorgänge auf die Oberflächenspannung bei 70 °C ein Maximum erreichen. Bei den beiden Isomalt-Varianten ist diese Reaktion unabhängig von Konzentration und Feststoffgehalt im Gegensatz zu Xylit, Sorbit und Saccharose. Die drei letzt genannten Systeme haben ihr Maximum bei 70 °C und rein gesättigten Lösungen.

Für die Praxis bedeutet dies, daß die Suspensionen durch den Partikelanteil keine schlechtere Ausgangsbasis beim Verteilen während des Dragierprozesses besitzen. Außerdem hat es den Anschein, daß die Dragierung mit gesättigten oder übersättigten Systemen bei hoher Temperatur (ca. 70 °C) vorteilhafter ist, als zwischen 40 °C und 55 °C.

Zusätze beeinflussen auf unterschiedliche Art die Oberflächenspannung und deren Alterungerscheinungen. *Ga*, *TW 60*, *Sp 70* und *MC* bewirken eine Oberflächenspannungsniedrigung, die sich während der Alterung fortsetzt. Eine Überdosierung hat keinen vorteilhaften Effekt auf die Oberflächenspannungsentwicklung. Es ist eher anzunehmen, daß sich anstelle der zusätzlichen Verbesserung der Verteilung des Mediums noch erschwerende Bedingungen für den Kristallisationsprozeß ergeben werden.

Die Erfassung der Benetzbarkeit von Kaugummikernen ist ein zusätzliches Charakteristikum des Kerns, wodurch im voraus die Dragierbarkeit des Kerns abgeschätzt werden kann. Zudem konnte bewiesen werden, daß die Vorgummierung eine sehr vorteilhafte Präparation der Kaugummikerne bedeutet.

8 Makroengineering - Beschichten von Kaugummikernen mit verschiedenen Medien

8.1 Charakterisierung und Prozeßbeeinflussung der Kaugummikerne

Mit Hilfe der chemischen und physikalischen Charakterisierung des Kerns und der Einführung einer geometrischen Kenngröße sollen für die Verarbeitung und Lagerung Abschätzungen auf das Produkt möglich sein, die zu individuellen Dragierprogrammen führen sollen.

8.1.1 Merkmale von verschiedenen Kaugummikernen

Es werden vier Kerne untersucht. Tab. 8-1 zeigt die wichtigsten Bestandteile und physikalischen Eigenschaften dieser Kerne.

Tab. 8-1: Chemische und physikalische Charakterisierung von Kaugummikernen (K)

	Parameter	K_{Pellet}	$K_{\text{elliptisch}}$	K_{flach}	K_{eben}
chemisch	Glycerin [%]	2,4	1,7	0	0,1
	Xylit [%]	5,4	5,1	0	18,0
	Mannit [%]	5,0	9,5	0,1	0,2
	Sorbit [%]	44,1	35,3	55,4	39,8
	Maltit [%]	-	2,2	-	-
physikalisch	a_w -Wert	0,38	0,44	0,68	0,49
	Wassergehalt [%]	2,2	1,9	1,6	1,5
	Erweichungsbereich [°C] (s. Kap. 4.6.2.4)	76-88	65-81	95-101	82-94
	Schmelzenthalpie [J/g] (s. Kap. 4.6.2.4)	53	65	94	85
	Kontaktwinkel (entstaubt) [°]	114,6	81,5	98,1	-
	Festigkeit [N]	17,0	15,0	13,8	-
	Elastizität [N/mm ²]	1,2	-	0,5	-
	Kauarbeit [Nm]	410,7	-	328,8	-

Der Gehalt an Glycerin gibt Hinweise auf die Geschmeidigkeit und Lagerstabilität der Kerne. K_{flach} und K_{eben} sind spröde, da sie kein Glycerin enthalten^[15, 17]. K_{flach} zeigt eine eher einfache Produktzusammensetzung. K_{eben} besitzt durch den hohen Gehalt an Xylit einen hygroskopischen Charakter. Die Sprödigkeit drückt sich durch das bröcklige Zerfallen des Kerns aus. Insbesondere bei K_{flach} und K_{eben} , die harte und bröcklige Kaeigenschaften aufweisen, kann dieses Verhalten durch entsprechend hohe Werte der Erweichungstemperatur und Schmelzenthalpie nachgewiesen werden. Der hohe Anteil an Sorbit scheint bei dem Kern K_{flach} den hohen a_w -Wert zu bewirken. Ein hoher Anteil an Sorbit in Kombination mit viel Xylit läßt ebenfalls auf schlechte Lagerungseigenschaften schließen. Die weiche und geschmeidige Textureigenschaft von K_{Pellet} wird vermutlich durch spezielle Elastomere hervorgerufen, was sich durch die wesentlich niedrige Schmelzenthalpie von 53 J/g bei einem Erweichungsbereich von 76-88 °C beweisen läßt. Bei den anderen Kernen liegt die Schmelzenthalpie innerhalb des Erweichungsbereichs. Die Ergebnisse der Texturuntersuchung zeigen, daß K_{Pellet} im Vergleich zu K_{flach} sowohl von der Rezeptur hochwertiger als auch von den mechanischen Kennwerten die höheren Level aufweist.

Tab. 8-2: Geometrische Daten von Kaugummikernen

Parameter	K_{Pellet}	$K_{elliptisch}$ (K_{III})	K_{flach} (K_{II})	K_{eben}	KI	KIV
Länge (L) [mm]	20,9	19,6	18,7	20,1	21,1	15,3
Breite (B) [mm]	9,8	11,4	11,3	10,6	9,7	14,4
Höhe (H) [mm]	6,2	5,2	4,7	4,3	5,3	5,4
m_E [g]	1,15	0,96	0,87	0,77	1,01	1,08
FF	1,059	1,134	1,166	1,201	1,105	1,194
WR^{III} [mm]	2,7	3,8	4	3,8	2,9	3,9

Die Bilder in Abb. 8-1 verdeutlichen die geometrischen Ausmaße anhand von K_{flach} und K_{Pellet} .

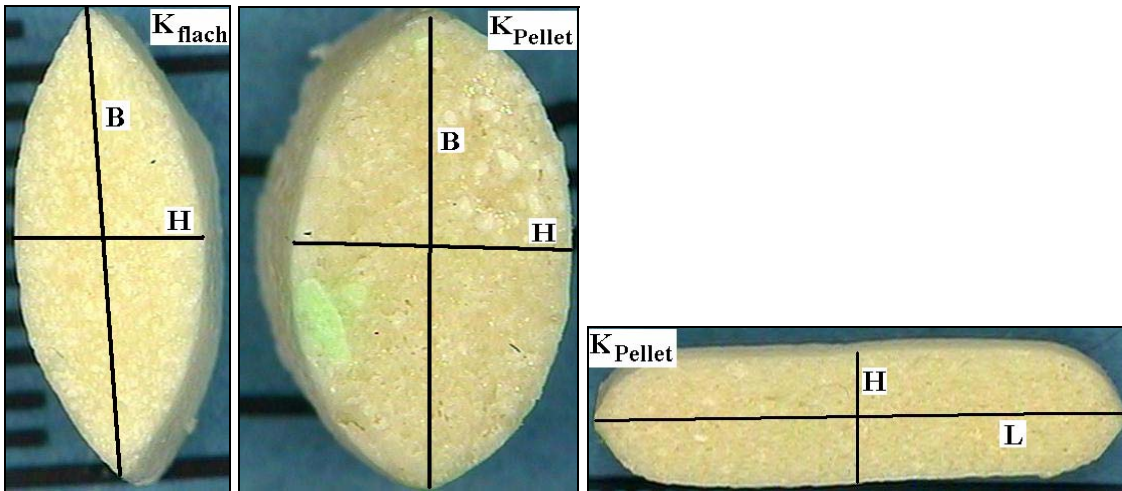


Abb. 8-1: Geometrien von zwei unterschiedlichen Kaugummikernen

Das Verhältnis von Oberfläche zu Volumen ist ein wichtiger Parameter beim Rollvorgang in der Dragiertrommel und besitzt zudem einen Einfluß auf die Kohäsion und Adhäsion während des Dragierens. Die Kaugummikerne haben mathematisch nur schwer modellierbare Konturen, Volumen und Oberfläche liegen zwischen Quader und elliptischem Zylinder. Der Formfaktor (FF , Gl. 21) wird definiert als Verhältnis der Oberfläche des Kissens und seinem Volumen und bezogen auf die Verhältnisse einer Kugel mit dem Pseudokugel-Radius $r = 1/3 (a+b+h/2)$. Die Oberfläche des Kissens ist der Mittelwert $\frac{1}{2} \cdot (A_{\text{Quader}} + A_{\text{elliptischer Zylinder}})$ und das Volumen ist der Mittelwert $\frac{1}{2} \cdot (V_{\text{Quader}} + V_{\text{elliptischer Zylinder}})$. Daraus ergibt sich folgende Formel für den Formfaktor:

$$FF = \left(\frac{A}{V} \right)_{\text{Kissen}} / \left(\frac{A}{V} \right)_{\text{Kugel}} \quad (\text{Gl. 21})$$

mit $\left(\frac{A}{V} \right)_{\text{Kugel}} = \frac{3}{r}$ und (Gl. 22)

$$\frac{A_{\text{Kissen}}}{V_{\text{Kissen}}} = \frac{4(2HB + HL + BL) + \pi \left[\frac{3}{2}(H + B) - \sqrt{HB} \right] \cdot L + 2\pi HB}{BHL(4 + \pi)} \quad (\text{Gl. 23})$$

Anders als bei der Berechnung des Wölbungsradius^{III} WR , der in der Pharmazie bereits für Tabletten und Komprimat verwendet wird, wird beim FF das Volumen eingerechnet. Der Vergleich dieser Faktoren zeigt ähnliche Trends, nämlich, daß die Kerne mit den kleineren FF -Werten bzw.

kleineren WR -Werten einfacher zu dragieren sind und bessere Produkte ergeben. Aus gewonnenen Erfahrungen ist die Reihenfolge des FF auch tatsächlich nachvollziehbar im Gegensatz zu der WR -Reihenfolge.

8.1.2 Bewertung des Dragierprozesses in Abhängigkeit vom Kern und vom Dragiermedium

Um die Einflüsse verschiedener Kernqualitäten auf das Dragieren ermitteln zu können, wird mit den in Tab. 8-1 beschriebenen vier Kernen gearbeitet. Als Dragiermedium werden Lösungen aus Isomalt GS und Isomalt ST verwendet. Die Dragierungen werden mit dem Programm *Pr. 1* aus Tab. 12-11 (Anh. S. LIV) durchgeführt. In diesem optimierten Programm ist sowohl eine ‚Jogging-Phase‘ als auch eine zeitintensive Nachtrocknungsphase enthalten, was zu einer insgesamt langen Dragierzeit führt. Bei den Dragierungen werden nur die Dosierungen in der Befeuchtungsphase (Phase 2, 1. Auftrag) und die langsame Aufbauphase 4 an den individuellen Kern angepaßt. Die Änderungen in den Hauptphasen 6 und 7 dienen zur Regulierung des individuellen Deckenanteils. Dem entsprechend müssen auch die Trocknungs- und Verteilzeiten angeglichen werden. Abb. 8-2 zeigt die Auftragsänderungen, die sich im Vergleich zur schnellsten Dragierung mit K_{Pellet} (Dragiermedium: Isomalt GS-Lösung) ergeben.

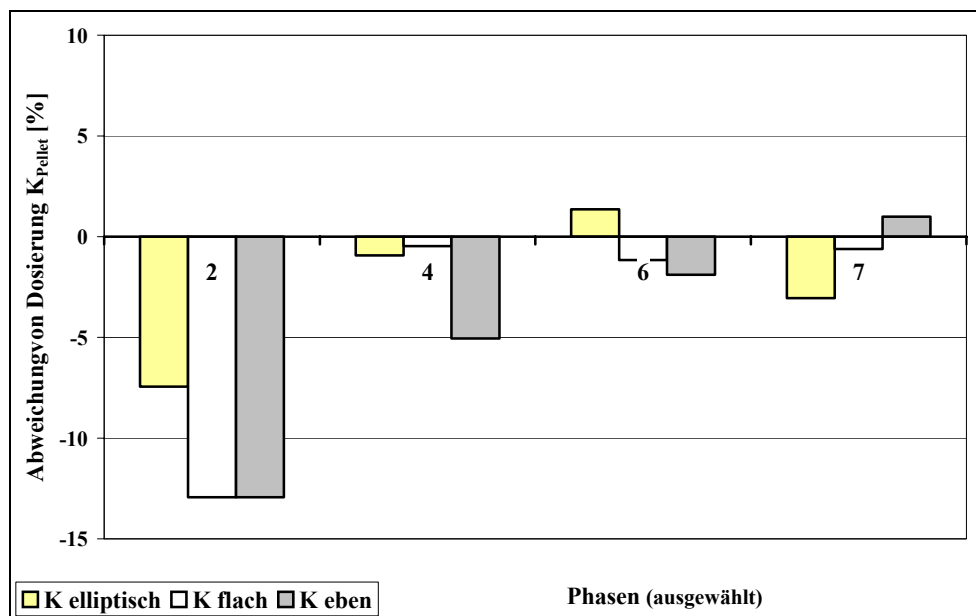


Abb. 8-2: Änderungen des Auftrags in bestimmten Phasen in Abhängigkeit von der Kernform

Insbesondere der erste Auftrag, bei dem die Klebeneigung sehr groß ist, wird bei den Kernen K_{flach} und K_{eben} stark reduziert. Zudem besitzt der Kern K_{flach} auch einen großen Kontaktwinkel zwischen der Kernoberfläche und der Dragierlösung, der die gleichmäßige Verteilung zu Beginn der Dragierung erschwert. Obwohl K_{Pellet} einen noch größeren Kontaktwinkel aufweist, haben bei diesem Kern die Geometrieverhältnisse und das hohe Einzelgewicht einen größeren Einfluß auf die homogene und schnelle Verteilung des Dragiermediums bei den ersten Aufträgen, wodurch die Klebeneigung sehr gering ist. In den dargestellten Phasen ist nur noch bei K_{eben} die extreme Reduzierung des Auftrags zu erkennen. In den Phasen 6 und 7 schwankt der Auftrag $\pm 2\%$ im Vergleich zur

schnellsten Dragierung. Für die Dragierzeit sind aber neben der Auftragsmenge die Zyklenzahlen entscheidend (Tab. 12-37 bis 12-40, Anh. S. LXVI und LXVII), die sich nur in der Hauptphase ändern.

Die Dragierzeiten der einzelnen Dragierungen sind in Abb. 8-3 zusammengefaßt (Tab. 12-41, Anh. S. LXVIII). Hier sind die auf 33 % Deckenanteil normierten Zeiten dargestellt. Die Normierung bezieht sich auf die beiden Hauptphasen 6 und 7, für die die Geschwindigkeit des Deckenaufbaus berechnet und mit dem tatsächlich erreichten Deckenanteil verrechnet wird.

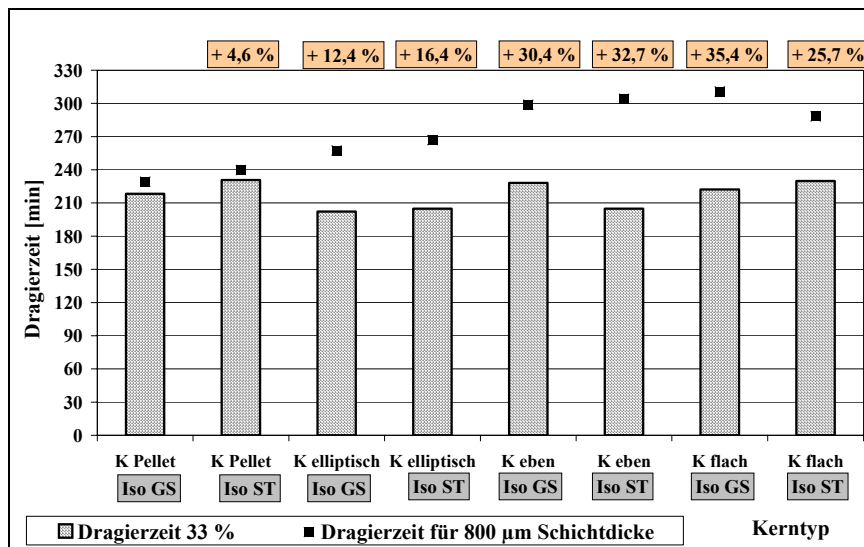


Abb. 8-3: Gegenüberstellung der normierten Dragiergeschwindigkeit $t_{33\%}$ und der Geschwindigkeit für 800 µm Deckendicke

Alle Dragierungen dauern zwischen 200 min und 230 min. Da das Endprodukt bei Dragierungen durch den Massenanteil der Decke am Gesamtdragee mit 33 % festgelegt ist, benötigen die Dragierungen der schwersten Kerne (K_{Pellet}) den höchsten Zeitaufwand. Allerdings hieße dies auch, daß bei einer Füllmenge von z.B. 8 kg mit schweren Kernen weniger Kerne bedeckt werden müßten. Inwieweit diese beiden Parameter, dickere Drageedecke und weniger Kerne, für die Dragierdauer ausschlaggebend sind, ist nicht erfaßbar. Theoretisch müßten die Dragierungen der leichtesten Kerne (K_{flach} und K_{eben}) aufgrund der dünneren Decke am kürzesten sein. Da die Programme an die Geometrien und Gewichte der Kerne angepaßt wurden, ist dies jedoch nicht der Fall. Die Bedeutung der Kerngeometrie für die Abschätzung der Dragierbarkeit von Kernen wird deutlicher, wenn nicht der Massenanteil, sondern die Dauer zum Aufbau von gleichen Schichtdicken (z.B. 800 µm) berücksichtigt wird. Es zeigt sich, daß geometrisch optimalere Kerne, wie Kerne K_{Pellet} sich am schnellsten dragieren lassen. Diese Dragiergeschwindigkeiten korrelieren mit dem eingeführten Formfaktor FF . Je geringer der Formfaktor ist, desto schneller ist die Absolutgeschwindigkeit der Dragierung.

Der Einfluß der Dragierungen auf die Produktqualität ist in Abb. 8-4 dargestellt. Demnach können die Produkte, entsprechend der Schichtdicke $e > 600 \mu\text{m} > f$, in zwei Gruppen unterteilt werden. Die Produkte der Gruppe e (K_{Pellet} und $K_{\text{elliptisch}}$) sind gut bewertet worden, unabhängig vom Was-

sergehalt und der Schichtdicke. Die Produkte der Gruppe f (K_{flach} und K_{eben}) sind schlechter bewertet worden. Es wird als unterste, aber noch akzeptable Bewertungsstufe des sensorischen Gesamtwertes der Wert 4 definiert. Produkte mit einer niedrigeren Bewertung in einem oder mehreren Attributen lassen auf sehr schlechte Dragees schließen. Im vorliegenden Fall ist diese Bewertung ebenfalls unabhängig vom Wassergehalt und der Schichtdicke der Produkte ermittelt worden. Die Qualität der Oberflächen der Produkte zeigt, daß Kerne mit niedrigem Formfaktor FF wesentlich besser abgeschnitten haben als die mit einem höheren FF . Inwieweit die Deckenhärte von der Schichtdicke oder dem Dragiermedium abhängt, ist nicht zu erkennen (s. beide K_{flach} - und K_{eben} -Produkte). Die Produkte von K_{Pellet} und $K_{elliptisch}$ aus Isomalt ST sind härter als die Produkte aus Isomalt GS, was den rheologischen Annahmen entsprechen würde. Bei den generell dünneren Schichtdicken der Kerne K_{eben} und K_{flach} ist dies genau umgekehrt. Tendenziell sind die sensorischen Daten der Isomalt ST-Produkte bis auf $K_{elliptisch}$ besser.

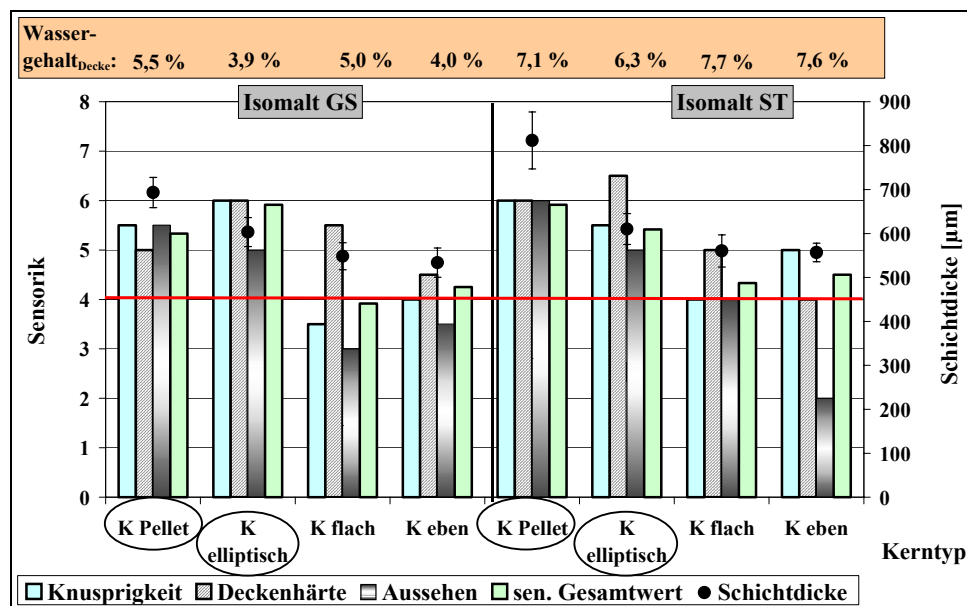


Abb. 8-4: Sensorische Bewertung von Isomalt-Produkten mit unterschiedlichen Kernen

Neben den sensorischen werden auch instrumentelle Daten ermittelt. Zunächst ist anzumerken, daß keine Korrelationen zwischen den Attributen der beiden Bereiche gefunden werden können. Wird die Darstellung (Abb. 8-5) der instrumentellen Messung betrachtet, so kann dies nachvollzogen werden. Bei der instrumentellen Messung (Tab. 12-42, Anh. S. LXVIII) sind hohe Crunch-Zahlen (CZ), hohe Werte der Knusprigkeit (tKN), Deckenhärten (HD) und niedrige „Elastizitätswerte“ (E) für gute Produkte charakteristisch. Dies trifft bei den umkreisten Produkten in Abb. 8-5 zu. Die Bewertung der K_{Pellet} - und $K_{elliptisch}$ -Produkte ist auch hier am besten, wobei das Isomalt ST-Produkt aus dem Kern $K_{elliptisch}$ schlechter bewertet wurde. Die Produkte des Kernes K_{eben} haben im Gegensatz zur Sensorik sehr gut abgeschnitten. Die beiden Meßmethoden korrelieren also nur bedingt. Für die Charakterisierung der Kerne ist die instrumentelle Methode gut geeignet (KA , KH). Diese Untersuchungsmethode ist sowohl für kleine Versuchsreihen als auch für Massenuntersuchungen

gut geeignet. Um jedoch das Produkt tatsächlich sensorisch charakterisieren zu können, müssen sensorische Attribute wie Knusprigkeit etc. ermittelt werden.

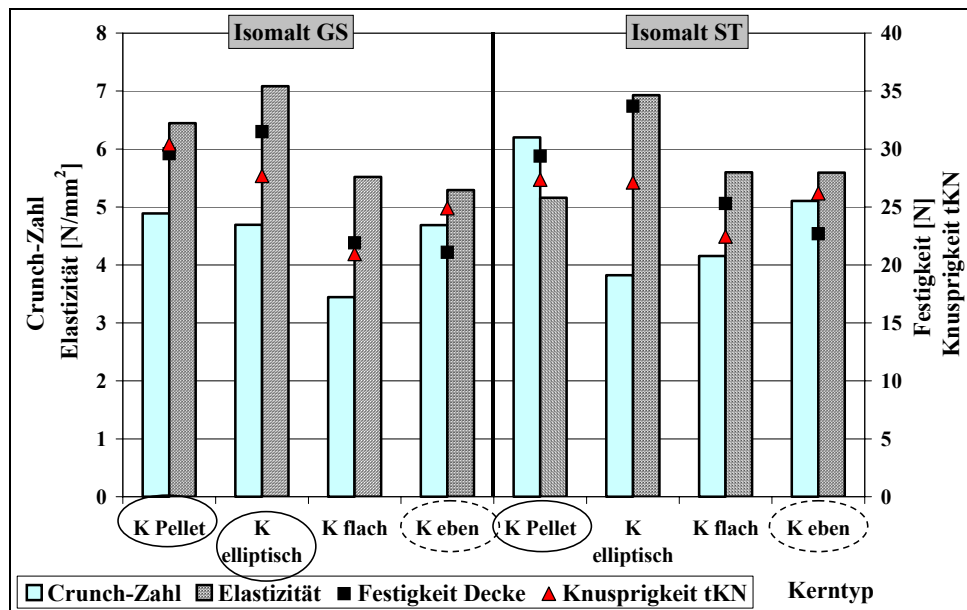


Abb. 8-5: Instrumentelle Bewertung von Isomalt-Produkten mit unterschiedlichen Kernen

Inwieweit die Schichtdicke tatsächlich einen Einfluß auf den Gesamteindruck des Dragees hat, wird hier nicht weiter betrachtet. Dieser Parameter sollte aber in einer weiterführenden Arbeit unbedingt näher untersucht werden, damit eindeutige Differenzierungen möglich sind.

Außerdem kann durch die Erfassung des Einflusses der Schichtdicke auf das Drageeprofil hervorragend auf Kundenwünsche eingegangen werden.

Die Qualität des Dragees ist abhängig von der Kern- und der Deckenqualität. Es ist sehr schwierig die Einzelkomponenten Decke und Kern eines Dragees getrennt voneinander zu betrachten und zu bewerten. Zudem wird die Sprödigkeit der Decke von der Haftung am Kern beeinflusst. Die Dragees mit K_{flach} sind sehr bröcklig, spröde, was mit der geringen Adhäsion der ersten Schichten auf dem Kern zusammenhängen könnte.

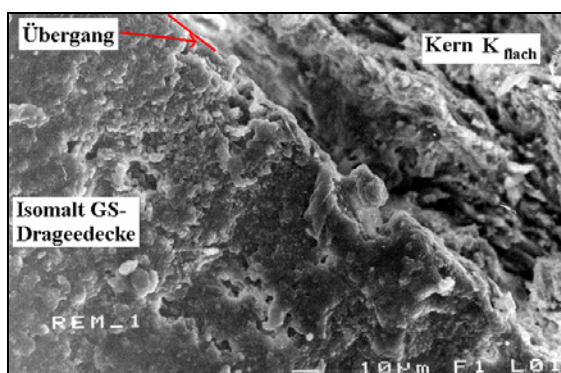


Abb. 8-6: REM-Aufnahme - Übergang Kern (K_{flach}) und Decke eines Isomalt GS-Dragees (x500fach)

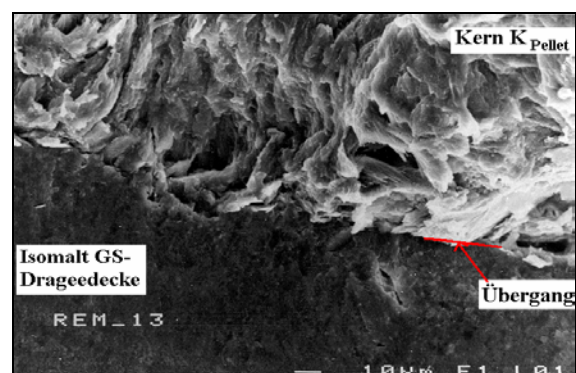


Abb. 8-7: REM-Aufnahme - Übergang Kern (K_{Pellet}) und Decke eines Isomalt GS-Dragees (x500fach)

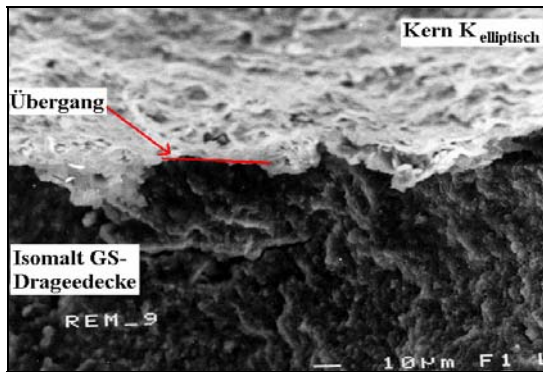


Abb. 8-8: REM-Aufnahme - Übergang Kern ($K_{elliptisch}$) und Decke eines Isomalt GS-Dragees (x500fach)

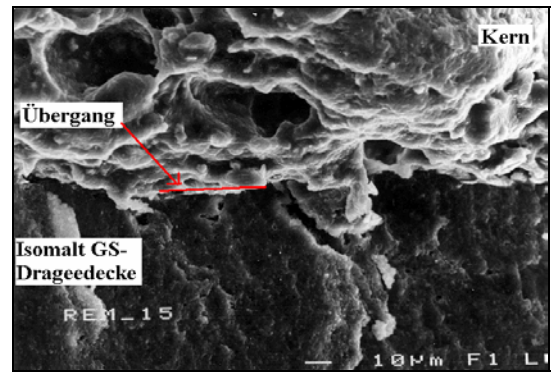


Abb. 8-9: REM-Aufnahme - Übergang Kern und Decke eines handelsüblichen Isomalt GS-Dragees (x500fach)

Die unterschiedliche Haftung zwischen Kern und Decke, zeigen die REM-Aufnahmen (Abb. 8-6 bis 8-9). Die Kernstruktur von K_{flach} (Abb. 8-6) verläuft quer zum Aufbau der Decke, wohingegen die Kernstruktur von K_{Pellet} senkrecht zur Decke verläuft. Die etwas rauhere Kernoberfläche von K_{Pellet} zeigt häufigere Verzahnungen mit der Drageedecke und läßt eine deutliche Abtrennung zwischen Decke und Kern erkennen. Zusätzliche Informationen zu den verschiedenen Kernstrukturen, zu den Übergängen und den Adhäsionen liefern die Aufnahmen von $K_{elliptisch}$ (Abb. 8-8) und einem qualitativ hochwertigen Handelsprodukt (Abb. 8-9). Diese Aufnahmen zeigen zudem die unterschiedlichen Kristallstrukturen der Drageedecke in der Nähe des jeweiligen Kerns. Die Struktur der Decke von K_{Pellet} ist wesentlich feiner und gleichmäßiger als bei K_{flach} . Dieser Unterschied ist durch die stark unterschiedlichen Werte der beiden Attribute tKN (Abb. 8-5) und Knusprigkeit (Tab. 12-42, Anh.) wiedergegeben. Darüber hinaus können anhand der Aufnahmen verschiedene Schichten identifizierbar.

Dieser schichtweise Aufbau der Drageedecke ist besonders ausgeprägt bei der Isomalt GS-Dragerung mit K_{flach} (Abb. 8-10 bis 8-12). Die Kristallstrukturen werden feiner, je weiter sich die Schicht vom Kern entfernt. Dies ist einerseits auf das Einstreuen von Isomalt ST-Pulver innerhalb der ersten 4 bis 6 Schichten zurückzuführen und andererseits durch einen heterogenen Auftrag/Trocknungsvorgang zu erklären. Weniger stark ausgeprägt sind die Strukturen der einzelnen Schichten der Kerne K_{Pellet} (Abb. 12-26, Anh. S. XXXIII) und $K_{elliptisch}$ (Abb. 12-30, Anh. S. XXXV). Die Struktur der Decke bei K_{Pellet} ist durchgängig am feinsten. Bei den Isomalt ST-Dragerungen haben die unterschiedlichen Kerne generell einen geringeren Einfluß auf die Strukturen der einzelnen Schichten. Dies bedeutet, daß durch das schnellere Kristallisieren der Isomalt ST-Dragermedien (Kap. 6.4.1) das Material und die Geometrien vom Kern einen geringeren Einfluß auf die Struktur der Decke hat, als es bei Isomalt GS-Medien der Fall ist.

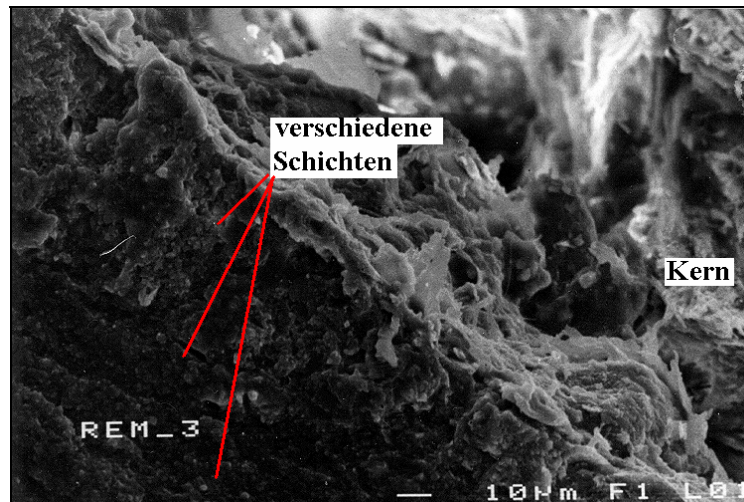


Abb. 8-10: Isomalt GS-Dragee - Deckenaufbau (x500fach, K_{flach})

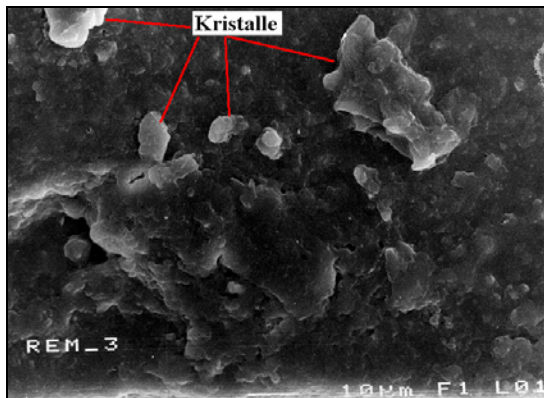


Abb. 8-11: Isomalt GS-Decke nahe beim Kern (x1000fach, K_{flach})

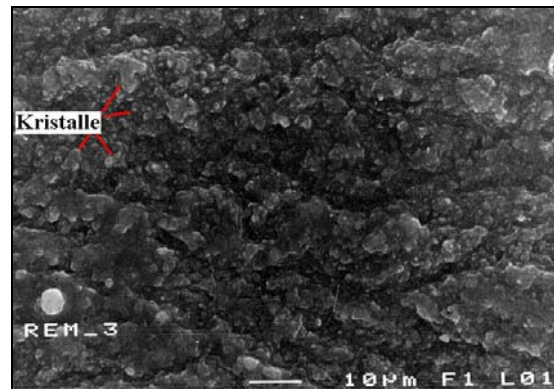


Abb. 8-12: Isomalt GS-Decke 300 µm Richtung Oberfläche (x1000fach, K_{flach})

8.1.3 Auswertung der Lagerstabilität unterschiedlicher Kerne

Während der 6 monatigen Lagerung der Produkte soll ermittelt werden, ob und welchen Einfluß unterschiedliche Verpackungen und Luftfeuchtigkeiten auf die Produktqualität haben. Die über diesen Zeitraum gesammelten, sensorisch und instrumentell, ermittelten Daten sind nicht statistisch auswertbar und zeigen untereinander keine Korrelation. Die Veränderungen der Produkte werden jeweils basierend auf der Ausgangsqualität (Abb. 8-3) des einzelnen Produktes ermittelt.

8.1.3.1 Lagerung unter Umgebungsbedingungen – sensorische Bewertung

(25 °C und 45 % r.F.)

K_{Pellet} : Die sensorische Bewertung der Isomalt GS-Produkte des K_{Pellet} zeigen von Beginn an Qualitätseinbußen, die unabhängig von der Verpackung sind. Über den gesamten Zeitraum steigen diese Veränderungen. Hingegen scheinen die Isomalt ST-Produkte innerhalb der ersten 6 Wochen eine geringe Qualitätsverbesserung zu erfahren, was sich besonders bei den im Karton gelagerten Dragees zeigt. Nach 3 Monaten findet hier eine Verschlechterung der Qualität statt.

$K_{\text{elliptisch}}$: Die Qualität der Isomalt GS-Produkte bleibt über dem gesamten Zeitraum relativ konstant erhalten, wobei das Bruchverhalten sich merklich verbessert und die Deckenhärte stark abnimmt.

Bei den Isomalt ST-Produkten stellt sich von Beginn an eine Qualitätsverschlechterung ein, besonders bei den im Karton gelagerten Dragees.

K_{flach} : Produkte beider Isomalt-Varianten zeigen im Vergleich zur Anfangsqualität eine positive Entwicklung der sensorischen Qualität, wobei die im Karton gelagerten geringfügig besser abschneiden. Letztendlich nimmt die Qualität über 6 Monate ab.

K_{eben} : Innerhalb der ersten 7 Tage ist kurzzeitig eine Qualitätsverbesserung zu verzeichnen. Allerdings verschlechtert sich die Qualität innerhalb der weiteren Zeit drastisch.

8.1.3.2 Lagerung unter Umgebungsbedingungen – instrumentelle Bewertung

(25 °C und 45 % r.F.)

K_{Pellet} : Die meßtechnischen Daten zeigen, daß alle Produkte im Laufe der Zeit unabhängig von der Verpackung gleichmäßige Qualitätseinbußen der Decke und des Kerns aufweisen.

$K_{elliptisch}$: Unabhängig von der Isomalt-Variante ist eine relativ gleichbleibend gute Produktqualität zu erkennen. Die Härte des Kerns bleibt nahezu konstant und die Elastizität der Decke nimmt ab. Die geringfügige Erweichung der Decke bringt einen geringen Rückgang der Knusprigkeit. Die Veränderungen während der Lagerung scheinen unabhängig von der Verpackung zu sein.

K_{flach} : Alle Produkte zeigen deutliche Qualitätseinbußen. Dies scheint tendenziell bei den in Alu-Verpackung gelagerten Produkten stärker ausgeprägt zu sein.

K_{eben} : Die Veränderungen dieser Produkte sind nicht so stark ausgeprägt wie bei K_{flach} . Es hat den Anschein, daß die Produkte innerhalb der ersten 3 Monate stark austrocknen und spröde werden, was sich durch die extrem harten Kerne und Decken bemerkbar macht. Nach 6 Monaten ist diese Entwicklung rückläufig und gerade die Dragees aus der Alu-Verpackung zeigen eine deutliche Erweichung.

8.1.3.3 Lagerung bei 60 % r.F. und 70 % r.F. in Z-Klick-Boxen und Alu-Beuteln

Alle Produkte zeigen, daß die Qualitätsveränderung unabhängig der Isomalt-Variante, durch die Luftfeuchtigkeit und Verpackung nach 6 Monaten stattfindet. Dies macht sich durch die Erniedrigung der Crunch-Zahl (alle Kerne außer $K_{elliptisch}$), die Erhöhung der Kernhärte und der Kauarbeit bei K_{flach} bemerkbar, was auf Austrocknung des Kerns hindeutet. Bei den anderen Kernen werden kleinere Werte der „Elastizität“ gemessen, was auf eine Verhärtung der Deckenstruktur bzw. Umkristallisation hindeutet. Die beiden Isomalt-Varianten des K_{Pellet} scheinen unterschiedlich starke Qualitätsveränderungen bei den gegebenen Luftfeuchtigkeiten zu erfahren, denn Isomalt ST-Dragees zeigen eine deutliche Verbesserung in den meßtechnischen Werten.

Die Kernqualität besitzt somit tatsächlich einen Einfluß auf die Lagerstabilität. Die Produkte des K_{flach} sind von der Luftfeuchte und Verpackung gleichermaßen beeinflusst. Sie neigen stark zum

Austrocknen, was sich durch die Erhöhung der Kauarbeit (KA) und Kernhärte (HK) bemerkbar macht.

Die K_{eben} -Kerne haben aufgrund ihrer Rezeptur eine geringe Lagerstabilität. Bei 60 % und 70 % r.F. weisen sie jedoch erstaunlich stabile Qualitäten auf. Der Kern $K_{elliptisch}$ zeigt die geringsten Qualitätsänderungen bei Umgebungsbedingungen, wohingegen der Kern K_{Pellet} völlig unabhängig von der Luftfeuchtigkeit und Verpackung relativ hochwertig über den gesamten Zeitraum vorliegt.

8.2 Dragierungen mit Zucker und Zuckeralkoholen

Das Verhalten der neueren Polyole Isomalt ST, Isomalt GS und Maltit beim Dragieren und die daraus resultierende Produktqualität ist sowohl im direkten Vergleich untereinander und als auch im Vergleich zur Saccharose von großem Interesse. Im folgenden wird dargestellt, wie die speziellen Prozeßbedingungen der einzelnen Polyole zu Interaktionen mit dem Kern führen und ob eine Rezepturänderung mit Isomalt GS eine Produktverbesserung zur Folge hat.

8.2.1 Lösungs- und Suspensionsdragierung

Auf der Basis des Programms *Pr. I* (Tab. 12-11) werden Dragierungen mit Isomalt ST, Isomalt GS, Maltit und Saccharose durchgeführt. Im Anhang sind die Tabellen mit den Prozeßdaten hinterlegt (Tab. 12-43 bis 12-45, S. LXIX bis LXX). Diese Dragierungen sind in zwei Gruppen eingeteilt, nämlich Lösungsdragierung vs. Suspensionsdragierung ohne Berücksichtigung des Kerns und Lösungsdragierungen mit unterschiedlichen Kernen (K_{flach} vs. $K_{elliptisch}$).

8.2.1.1 Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität

Vorversuche haben gezeigt, daß Maltit und Saccharose als 70 %ige Lösungen verwendet werden sollten, damit ein störungsfreies Dragieren gewährleistet werden kann. Da Isomaltlösungen und -suspensionen hauptsächlich mit einer Trockensubstanz^[36] von 65 % verwendet werden und die Übersättigung über die Arbeitstemperatur (T_A) geregelt wird, ist ein direkter Vergleich dieser Dragierungen allerdings nur schwer möglich.

Abb. 8-13 zeigt die prozeßtechnischen Ergebnisse:

- **Ausbeute:** **Lösung > Suspension, Kernabhängigkeit,**
- **Dragierzeit für K_{flach} :** **Suspension < Lösung,**
Saccharose < Isomalt GS < Isomalt ST << Maltit,
- **Dragierzeit K_{flach} vs. $K_{elliptisch}$:** **$K_{elliptisch} < K_{flach}$.**

Die Suspensionsdragierungen benötigen zwar die kürzeste Zeit, zeigen aber höhere Verluste, die sich durch eine größere Ausschußmenge (Wandhaftung, Konglomerate) bemerkbar machen.

Die sensorische Beurteilung (Abb. 8-14) zeigt, daß die Oberfläche (Aussehen) bei allen Produkten der Lösungsdragierung, mit Ausnahme von Saccharose, sehr uneben ist, wodurch der Vergleich der ermittelten Daten sehr vage ist. Diese unebene Oberflächenstruktur bildet sich in der Hauptphase.

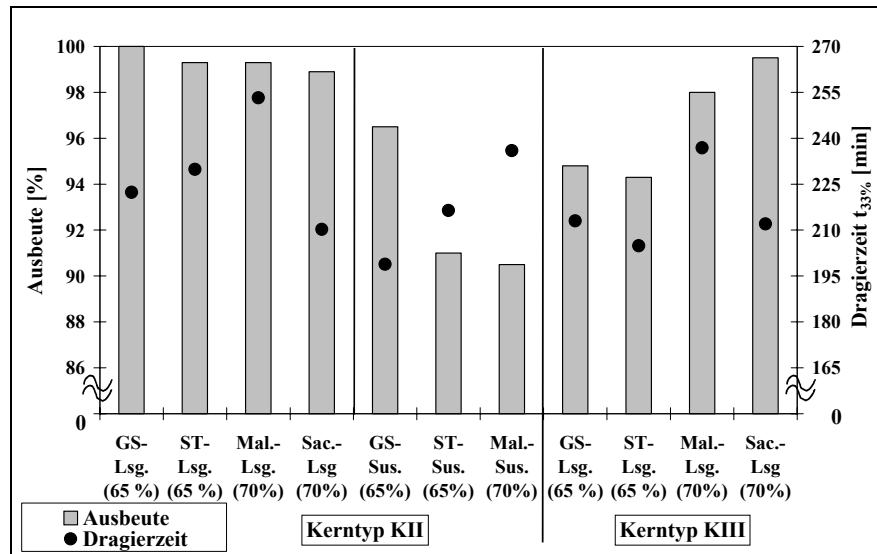


Abb. 8-13: Vergleich von Prozeßparametern bei Verwendung unterschiedlicher Rohstoffe

Bereits über rheologische Voruntersuchungen wurden mögliche Schwierigkeiten bei dem sensiblen Prozeßabschnitt Trocknung erkannt (Kap. 6.4), die sich hier durch einen zu schnellen und damit heterogen verlaufenden Trocknungsprozeß und einer daraus resultierenden unebenen Produktoberfläche darstellt.

Die Produkte der Suspensionsdragierungen haben sowohl vom Aussehen als auch von den Textureigenschaften eine gute Qualität. Da die Verwendung von Maltit in einer grobdispersen Suspension bisher nicht bekannt ist, wird hier – im Gegensatz zu den beiden anderen Suspensionen – mit Maltit in einer 72 %igen Suspension und mit einem anderen Programm dragiert (*L-Programm*, s. Kap. 8.2.2.1). Es handelt sich hierbei um ein modifiziertes Programm, das als Schnelldragierung^[98] mit Maltit deklariert wird. Die verwendeten Dragiermedien ließen sich mit dem gewählten Programm gut verarbeiten.

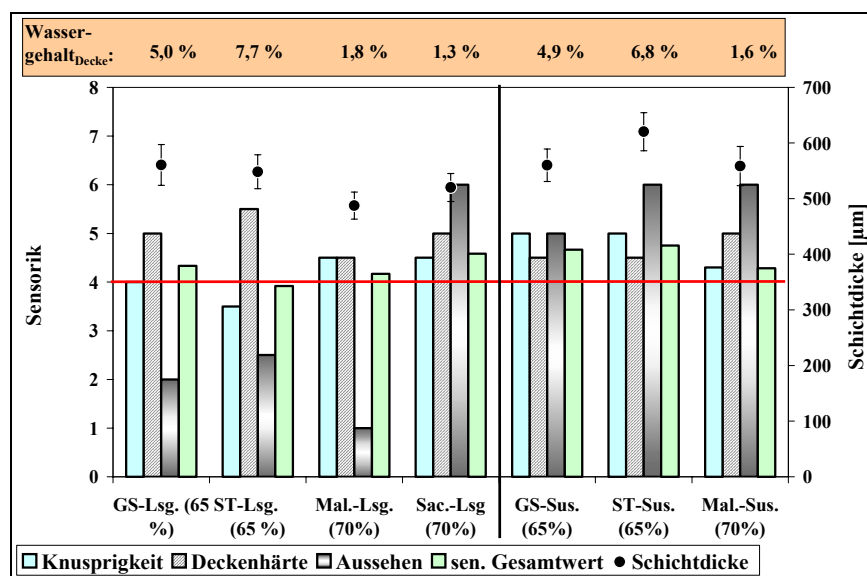


Abb. 8-14: Sensorische Bewertung von Produkten aus der Lösungs- und Suspensionsdragierung mit 4 unterschiedlichen Polyolen (*K_{flach}*)

Im direkten Vergleich der Suspensionsdragierungen wird das Maltit-Produkt am schlechtesten, aber verglichen jedoch mit den Werten der Lösungsdragierung immer noch besser bewertet. Mit dem verwendeten Dragierprogramm werden Isomalt ST-, Isomalt GS- und Maltit-Produkte mit sehr ähnlichen Qualitäten erzeugt. Die jeweilige Qualität ist, insbesondere mit Blick auf das Aussehen, spezifisch für das jeweilige Dragiermedium. Denn die Produkte der Suspensionsdragierungen haben glatte Oberflächen. Das Saccharose-Produkt besitzt bei den Dragees der Lösungsdragierung die beste Qualität hinsichtlich der Oberfläche und der Gesamtbewertung.

Die Produkte des Kerns $K_{elliptisch}$ (Abb. 8-15) schneiden in der Gesamtbewertung wesentlich besser ab als die Produkte des Kerns K_{flach} (Abb. 8-14).

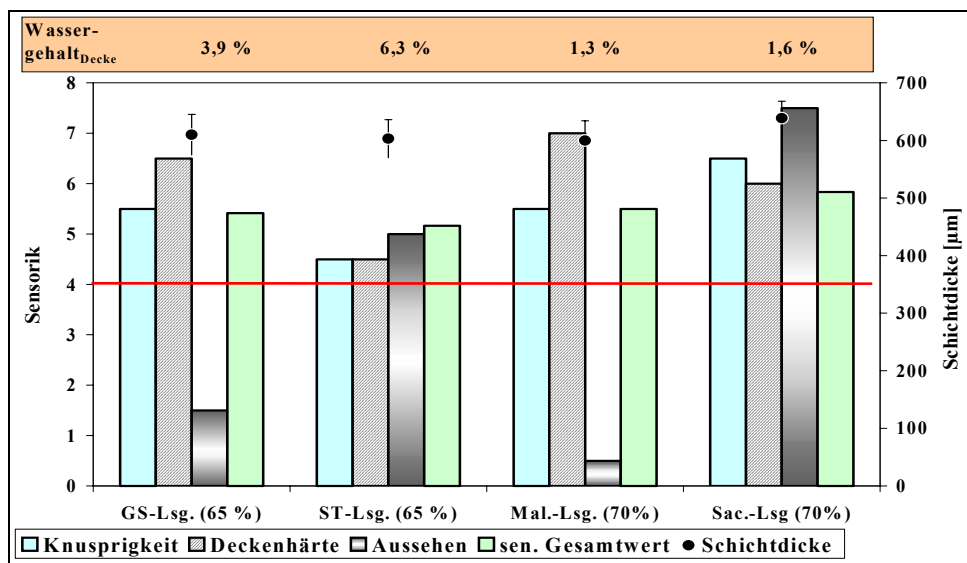


Abb. 8-15: Sensorische Bewertung von Produkten der Lösungsdragierung mit unterschiedlichen Polyolen ($K_{elliptisch}$)

Allerdings ist auch hier das Aussehen des Maltit- und Isomalt GS-Produktes schlecht. Es sind die gleichen Ursachen, wie bei K_{flach} zu vermuten. Die erhaltenen Schichten haben eine Stärke zwischen 600 und 650 μm . Diese geringe Schwankung der Schichtdicke zeigt, daß in diesem Fall die Schichtdicke vermutlich nicht Ursache für die Bewertung der Attribute in Frage kommt.

Für $K_{elliptisch}$ ist das verwendete Programm geeigneter als für K_{flach} . Die meßtechnischen Ergebnisse (Abb. 12-27 und 12-28, Anh. S. XXXIV) zeigen keine auffällige Differenzierung der einzelnen Attribute. Einzig die Crunch-Zahl gibt die sensorischen Trends wieder (Tab. 12-46, Anh. S. LXX). Die durch die rheologischen Messungen vermutete härtere Deckenstruktur von Isomalt ST-Produkten im Vergleich mit Isomalt GS-Suspensionsprodukten kann nicht bestätigt werden, sondern es zeigt sich, daß Isomalt GS ein härteres Produkt erzeugt.

Die statistische Auswertung (Cornerstone) für die Ergebnisse dieser Dragierungen kombiniert mit den Daten des vorigen Kapitels (Kap. 8.1), ergibt gesicherte Modelle für einige sensorische und instrumentelle Attribute (Tab. 12-47, Anh. S. LXX). Die Berechnung des Produktes mit einer op-

timalen Qualität, die sich aus den erarbeiteten Daten ergibt, verweist auf ein Saccharose-Produkt hergestellt mit dem Kern K_{Pellet} .

8.2.1.2 Analyse der Mikroebene von Drageedecken

Die mikroskopische Betrachtung der Kristallstruktur von Drageedecken gibt eine zusätzliche Charakterisierung der Produktqualität wieder. Die Abb. 8-16 bis 8-19 zeigen die unterschiedlich ausgebildeten Strukturen der Produkte mit dem Kern K_{flach} . Da sich die Decke aus unterschiedlich strukturierten Schichten zusammensetzt (s. Kap. 8.1.2) werden diese Aufnahmen jeweils vom gleichen Deckenabschnitt genommen.

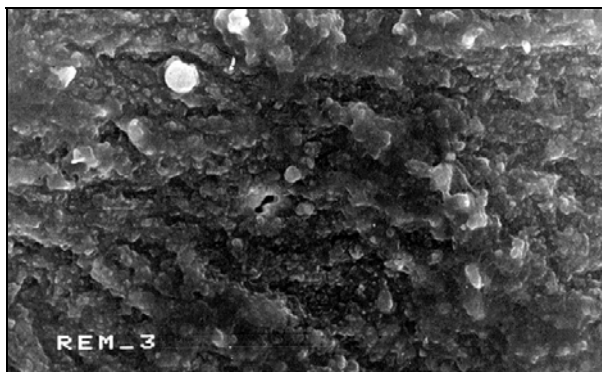


Abb. 8-16: Deckenstruktur aus Isomalt GS-Lösung (x1000fach)

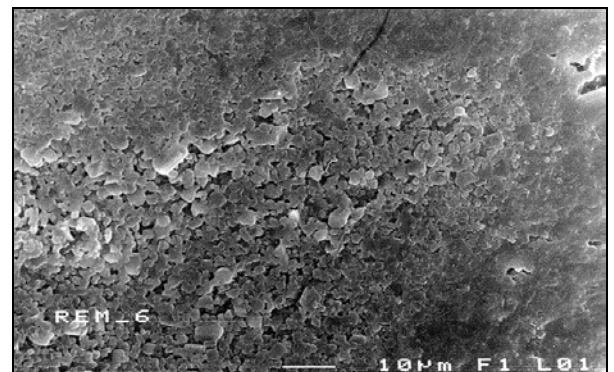


Abb. 8-18: Deckenstruktur aus Maltit-Lösung (x1000fach)



Abb. 8-17: Deckenstruktur aus Isomalt ST-Lösung (x1000fach)

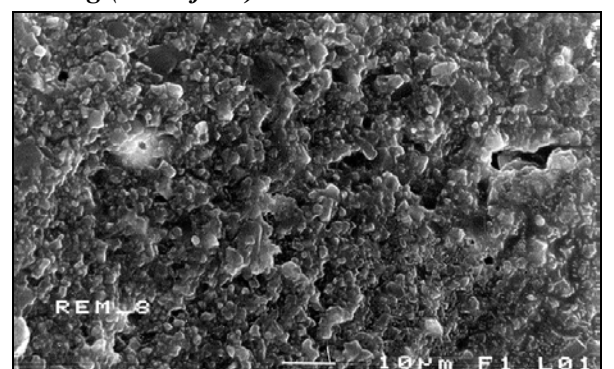


Abb. 8-19: Deckenstruktur aus Saccharose-Lösung (x1000fach)

Es ist deutlich zu erkennen, daß das Isomalt ST-Dragee die heterogenste und gröbste Struktur hat. Isomalt ST-Produkte zeigen – unabhängig vom Zustand des Mediums – in der Regel sehr grobe, heterogene Strukturen (Lsg. bzw. Sus., Abb. 12-29, Anh. S. XXXV). Zudem ist diese Grobstruktur über die gesamte Decke durchgängig ohne besondere Feinheitsabstufungen auszubilden. Die Ursache für diese Struktur wird bei Lösungsdragierungen auf die beiden unterschiedlichen Komponenten 1,1-GPM und 1,6-GPS zurückgeführt, denn sie besitzen unterschiedliche Kristallformen.

Das Isomalt GS-Produkt zeigt etwas größere Kristalle als das Saccharose-Dragee und ist etwas heterogener, was ebenfalls auf das Vorhandensein von zwei verschiedenen Komponenten zurückzuführen sein wird. Am feinsten und gleichmäßigsten sind die Kristalle des Maltit-Produktes. Doch alle drei Produkte zeigen deutliche Feinheitsabstufungen im Verlauf des Deckenaufbaus. Der Fein-

heitsgrad der Decken wird durch die Bewertung der instrumentellen Knusprigkeit wiedergegeben. Das grobe Isomalt ST-Produkt hat den kleinsten tKN -Wert, Maltit und Saccharose die größten Werte. Besonders deutlich ist der Einfluß der Deckenstruktur auf den tKN -Wert anhand des Kernes $K_{elliptisch}$ zu erkennen, denn bei Produkten mit diesem Kern haben die Isomalt-Dragees sehr feine Strukturen (Abb. 12-30 und 12-31, Anh. S. XXXV), was sich durch einen sehr hohen tKN -Wert (Abb. 12-28, Anh. S. XXXIV) widerspiegelt. Zum Vergleich steht eine REM-Aufnahme eines Handelsproduktes zur Verfügung, dessen sensorische Bewertung sehr gut ist (Abb. 12-32, Anh. S. XXXV). Die Rangordnung der Feinheit der Deckenstruktur spiegelt sich ebenfalls in der Bewertung der sensorischen Knusprigkeit, aber nicht im Bruchverhalten wider.

8.2.1.3 Auswertung der Lagerstabilität

Instrumentell ermittelte Produktstabilität

Die Produkte des Kernes K_{flach} zeigen während der Lagerung unterschiedlich starke Beeinflussungen durch die Luftfeuchtigkeit (Umgebungsluft, 60 % r.F., 70 % r.F. bei 30 °C) und Verpackung (Z-Klick/Karton und Alu-Verpackungen – groß und klein). Jedoch erfahren alle Produkte eine starke Austrocknung des Kernes, was sich durch höhere Werte der Kernfestigkeit und Kauarbeit bemerkbar macht. In den meisten Fällen kann folgender Mechanismus zugrunde gelegt werden: Es findet Wassertransport durch Diffusion aus dem Kern in die Decke und bei Luftaustausch (wie im Karton möglich) Abgabe in die Umgebung. In Folge dessen trocknen die Produkte aus.

Unter Umgebungsbedingungen ist die Qualität der Isomalt ST- und Isomalt GS-Produkte bis zur 6. Woche relativ konstant, was sich aber im Laufe der weiteren Lagerung stark ändert. Die Maltit- und Saccharose-Produkte zeigen über die gesamte Lagerzeit bei diesen Bedingungen stärkere Qualitätseinbußen. In Z-Klick-Boxen erfahren beide Isomalt-Produkte und das Maltit-Produkt gleichbleibende Änderungen bis zur 6. Woche, doch ab diesem Zeitpunkt ist wieder eine Verschlechterung der Qualität zu beobachten. Saccharose ist über den gesamten Zeitraum bei diesen Bedingungen sowohl in der Z-Klick-Box als auch im Alu-Beutel relativ stabil. Die Alu-Verpackung hat den größten Einfluß auf das Maltit-Produkt. Die Qualität verschlechtert sich extrem. Die Drageedecke erweicht, weil das Wasser im Verpackungsraum des Alu-Beutels verbleibt und nicht durch Luftaustausch, wie es beim Karton der Fall ist, abtransportiert wird. Das Wasser setzt sich in der Kristallstruktur der Decke fest und bewirkt so eine Kristallumwandlung. Einen weiteren entscheidenden Einfluß hat die Probenmenge in den Verpackungen. Denn die Beeinflussung (Austrocknung des Kernes bzw. Erweichen der Decke) ist in den großen Verpackungen stärker ausgeprägt als in den kleinen.

Die instrumentell ermittelten Qualitätsänderungen der Produkte der Suspensionsdragierung sind unabhängig von der herrschenden Luftfeuchtigkeit. Sie werden jedoch maßgeblich von der Art der Verpackung beeinflusst. Der Vergleich zur Produktqualität vom Anfang zeigt, daß innerhalb der ersten 6 Wochen geringe Qualitätsverschlechterungen stattfinden. Während das Isomalt GS-

Produkt über den gesamten Zeitraum in der Z-Klick- und Alu-Verpackung wenige negative Veränderungen erfährt, zeigt das Maltit-Produkt in der Z-Klick-Verpackung nach 6 Wochen stärkere Einbußen. Ansonsten ist auch dieses Produkt ziemlich lagerstabil. Das Produkt aus Isomalt ST zeigt im Vergleich zu den anderen beiden Produkten stärkere Veränderungen, wobei diese bei 70 % r.F. in der Z-Klick-Verpackung geringer ausgeprägt sind. In der Alu-Verpackung wird das Produkt nach 3 Monaten sichtlich schlecht. Die Produkte im großen Karton unter Umgebungsbedingungen sind geprägt durch starke Kernaustrocknung, steigende Elastizitätswerte, was auf eine Erweichung der Decke hindeutet, und kleinere Crunch-Zahlen.

Die Bewertung der Produkte mit dem Kern $K_{elliptisch}$ zeigt, daß diese Produkte nicht ausgetrocknet sind. Der Trend der Qualitätsentwicklung dieser Produkte bei Umgebungsbedingungen deutet darauf hin, daß das Maltit-Produkt am stärksten negativ beeinflusst wird. Einzig die Härte der Decke ist größer. Alle anderen Produkte zeigen zwar auch eine Verschlechterung fast aller Attribute, doch sind sie geringer ausgeprägt. Die Veränderungen der drei Produkte liegen im gleichen Bereich. Erstaunlich ist, daß die Crunch-Zahl über die Lagerzeit ansteigt. Am stärksten bei den Saccharose-Produkten und am geringsten bei den Isomalt ST-Produkten. Die Lagerung bei 60 % und 70 % r.F. in Z-Klick-Boxen bewirkt bei allen Produkten eine Qualitätsverschlechterung, die bei Maltit und Saccharose stärker ausgeprägt ist. Nach einer Lagerzeit von 3 Monaten ist der Einfluß von 70 % r.F. wesentlich ausgeprägter als bei 60 % r.F.

Sensorisch ermittelte Produktqualität

Die sensorische Beurteilung der Produkte, gelagert bei Umgebungsbedingungen, zeigt, daß beide Isomalt-Produkte nach anfänglicher Qualitätsverbesserung eine gleichbleibend schwach ausgeprägte Qualitätsverschlechterung erfahren. Diese Qualitätseinbußen sind in der Alu-Verpackung stärker ausgeprägt. Das Maltit-Produkt zeigt eine Abnahme der Knusprigkeit über die Lagerzeit, aber eine eindeutige Verbesserung des Bruchverhaltens und der Deckenhärte. Das Saccharose-Produkt zeigt eine kontinuierliche Verschlechterung während des gesamten Zeitraums, wobei hier auch der Einfluß der Verpackung von Bedeutung ist. Die Alu-Verpackung sorgt für eine Erweichung der anfangs sehr knusprigen Decke und der Karton bewirkt eine starke Austrocknung des Kerns, wodurch der Gesamteindruck des Dragees negativ beeinflusst wird.

Im Vergleich zur instrumentellen Untersuchung zeichnet sich zum größten Teil der gleiche Trend ab. Alle Produkte sind durch eine geringe Qualitätsverschlechterung innerhalb der ersten 6 Wochen geprägt. In der Folgezeit erfährt das Isomalt ST-Produkt die stärksten von der Verpackung abhängigen Veränderungen. Die Produkte aus Isomalt GS werden zwar weniger stark beeinflusst, doch zeigen sie größere Veränderungen als Maltit. Die Alu-Verpackung bewirkt bei beiden Produkten die größten Veränderungen.

Die sensorische Bewertung der vier Produkte, hergestellt mit dem Kern *K_{elliptisch}* zeigt, daß das Saccharose-Produkt sehr stabil ist. Nur die Bruchstücke dieses Produktes werden deutlich größer. Das Isomalt GS-Produkt zeigt eine gegenläufige Entwicklung der Bruchstücke, denn sie werden bei diesem Produkt feiner und zudem wird das Produkt lauter. Die anderen Attribute werden im Laufe der Zeit und in Abhängigkeit von der Verpackung schlechter bewertet. Das Maltit-Produkt zeigt einen ähnlichen Trend, wobei das Produkt insgesamt mehr an Qualität verliert als das Isomalt GS-Produkt. Die meiste negative Beeinflussung wird beim Isomalt ST-Produkt festgestellt, wobei eine stärkere Ausprägung bei den im Karton gelagerten Dragees ermittelt wurde.

8.2.2 Dragierungen nach für Maltit empfohlenen Bedingungen

Die Ergebnisse der vorangegangenen diskutierten Dragierungen haben gezeigt, daß wahrscheinlich für das Polyol Maltit keine optimalen Dragierbedingungen verwendet wurden. Bei keinem dieser Produkte wurde die Oberfläche unter den geschilderten Bedingungen glatt. Die Versuche waren auf Isomalt-Bedingungen eingestellt. Dies veranlaßte die Durchführung von Dragierungen nach bekannten Vorgaben^[98, 99], die für Maltit festgehalten sind. Die Beeinflussung dieser Bedingungen werden zudem für Isomalt GS-Dragierungen untersucht.

8.2.2.1 Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität

Unter klassischen Maltitbedingungen ist - im Gegensatz zu den bei Isomalt-Dragierungen eingestellten 20 °C - eine höhere Trocknungstemperatur (26 °C bis 28 °C) bei Umgebungsluftdruck, eine langsamere Steigerung des Auftrags sowie längere Trocknungs- und Verteilzeiten zu verstehen. Abb. 12-33 (Anh. S. XXXV) zeigt einen typischen Aufbau eines Maltit-Dragierprogramms, wobei die langsam ansteigende Dosierung des *F-Programms* entscheidend ist. Die weiteren Daten sind im Anhang Tab. 12-48 (S. LXXI) zusammen gefaßt. Zum Vergleich ist ein im Verhältnis zur Isomalt-Dragierung ‚langsameres‘ Programm, entwickelt bei der ZAFES (*Z-Programm*), mit abgebildet. Dieses Programm garantiert bei der Verwendung von Maltit eine gute Oberflächenbeschaffenheit des Produktes. Es wird der Kern *K_{elliptisch}* verwendet. Von den Prozeßdaten unterscheiden sich die Dragierungen der beiden Polyole mit dem *F-Programm* wenig, wohingegen die ‚langsame‘ Dragierung des *Z-Programms* wesentlich schneller abläuft (Abb. 12-33, Anh. S. XXXV). Dieses *Z-Programm* ist im Bezug auf Isomalt GS sehr langsam, bezogen auf Maltit jedoch sehr schnell.

Abgesehen von der Maltit-Dragierung sind mit dem *F-Programm* - im Gegensatz zum Programm *Pr. 1* (Kap. 8.1) - Produkte mit einer guten Oberflächenbeschaffenheit erzeugt worden. Die weiteren sensorischen und instrumentellen Ergebnisse zeigen, daß sich die hohe Dragiergeschwindigkeit des *Z-Programms* negativ auf die Produktqualität auswirkt (Abb. 8-20 und 12-34, Anh. S. XXXVI, Tab. 12-49, Anh. S. LXXI).

Sensorisch schneidet das Isomalt GS-Produkt unter diesen Bedingungen etwas schlechter ab als das Maltit-Produkt (Abb. 8-20). Die meßtechnischen Daten zeigen keine starken Unterschiede zwi-

schen den drei Produkten (Abb. 12-34, Anh. S. XXXVI). Wird die Qualität von Isomalt GS-Produkten verglichen, die nach den Programmen *Pr. 1* und *F-Programm* hergestellt wurden, so zeigt sich, daß ähnlich gute Ergebnisse erzielt wurden. Deutlich anders hingegen sind die Erzeugnisse für Maltit, was darauf hindeutet, daß dieses Polyol wesentlich empfindlicher gegenüber den Prozeßbedingungen ist.

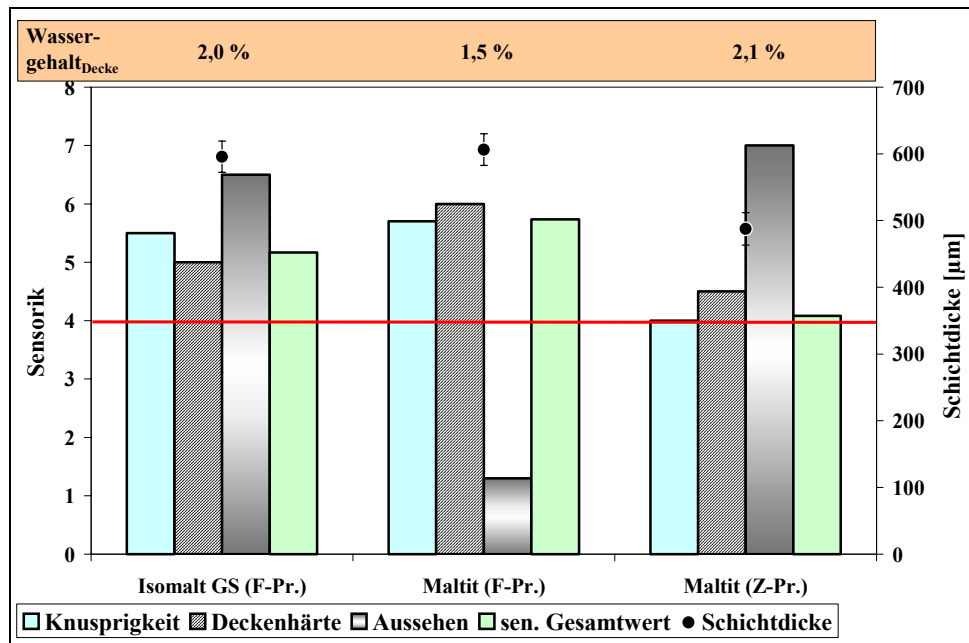


Abb. 8-20: Sensorische Ergebnisse der Dragierungen mit dem F- und Z-Programm mit Maltit und Isomalt GS

Ein weiteres Programm, das *L-Programm* (Lycoat®-Dragierung), wird zusätzlich getestet. Dieses Programm ist ein modifiziertes bzw. optimiertes Programm für die Maltit-Dragierung, deren einzelne Schichten nur durch Abstreuen mit Maltitpulver und lange Verteilzeiten trocknen. Diese Modifizierung soll die Dragierzeit reduzieren, aber die typische Maltit-Produktqualität beibehalten. Der Ablauf wird simuliert, wobei mit einer geringen Menge an Trocknungsluft gearbeitet werden muß. Im Anhang ist der Ablauf der Dragierungen dargestellt (Abb. 12-35, Anh. S. XXXVI, Tab. 12-50, Anh. S. LXXII). Nach dieser Vorlage wird mit einer 70 %igen Maltitlösung und –suspension dragiert.

Im Vergleich zur klassischen Maltitlösungsdragierung kann tatsächlich mit dem *L-Programm* eine Verkürzung der Dragierzeit erreicht werden. Die Verwendung der Suspension erfordert durch die erschwerten Prozeßbedingungen, wie schnelle Verstopfung der Düsen, hohe Viskosität und daraus resultierend ein dünner Sprühstrahl, eine längere Dragierzeit als dies bei der Lösungsdragierung der Fall ist. Diese Dragierzeit liegt allerdings immer noch weit über der Zeit der Standarddragierung mit Isomalt GS-Suspension (Abb. 12-35, Anh. S. XXXVI). Neben der verkürzten Zeit ist die Qualität der Maltit-Produkte gleichbleibend bzw. besser als die Produkte aus *Pr. 1* (vgl. Abb. 8-21 mit Abb. 8-12, Tab. 12-51, Anh. S. LXXII).

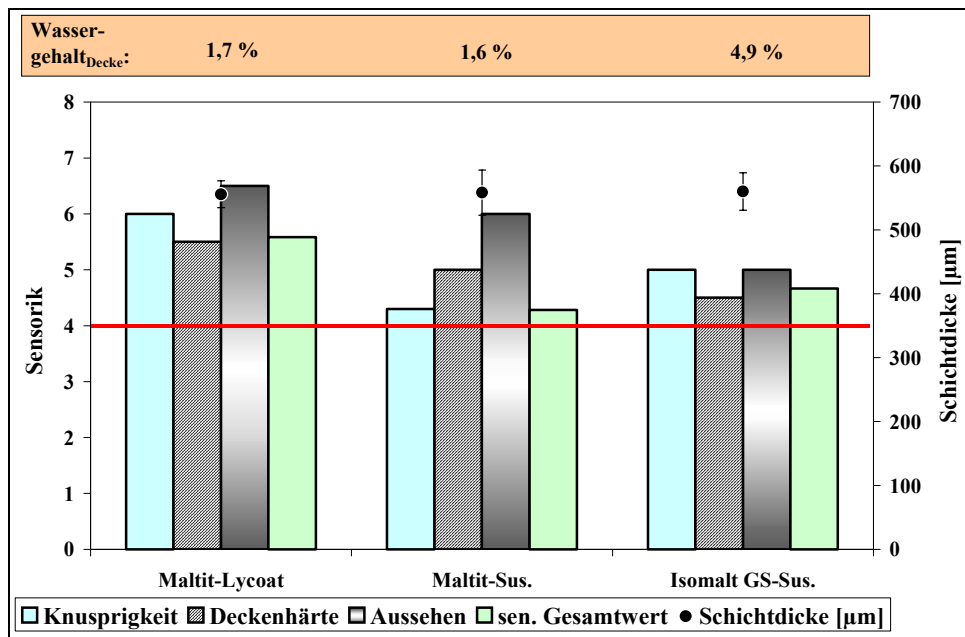


Abb. 8-21: Sensorische Ergebnisse von Maltit-Produkten dragiert nach dem L-Programm im Vergleich mit einem Isomalt GS-Produkt

Die Nacharbeitung der beiden Programme *F*- und *L-Programm* kann die sensorische Erfahrung, daß Maltit ein härteres und lauter knackendes Dragee bewirkt als z.B. Isomalt GS, bestätigen. Dies ist auf eine langsamere Kristallisation zurückzuführen, wodurch sich homogenere Kristallstrukturen ausbilden können. Meßtechnisch kann dies jedoch nicht eindeutig nachgewiesen werden (Abb. 12-34 und 12-36, Anh. S. XXXVI und XXXVII). Doch führt nachweislich die Suspensionsdragierung auch bei Maltit zu einem qualitativ anderen Produkt als die Lösungsdragierung. Erstaunlich ist, daß das Maltit-Produkt nach dem *L-Programm* sensorisch so gut abschneidet, denn die REM-Aufnahme (Abb. 8-22) zeigt im Vergleich zum Isomalt GS-Dragee (Abb. 8-23) eine sehr grobe und heterogene Kristallstruktur. Diese Struktur ist bei beiden Maltit-Produkten sehr ähnlich. Mit größerem Abstand vom Kern wird die Struktur zwar etwas homogener, bleibt aber insgesamt relativ grob und inhomogen.

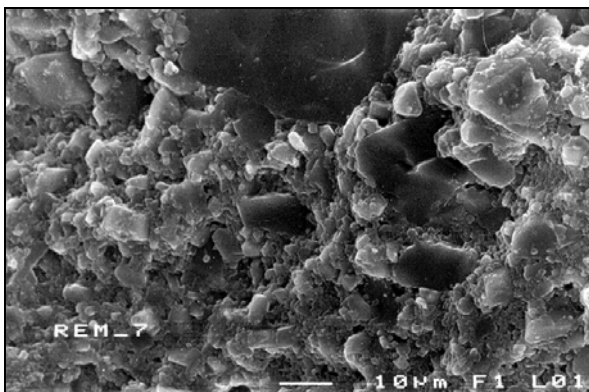


Abb. 8-22: REM-Aufnahme - Maltit-Dragee, L-Programm (x1000fach)

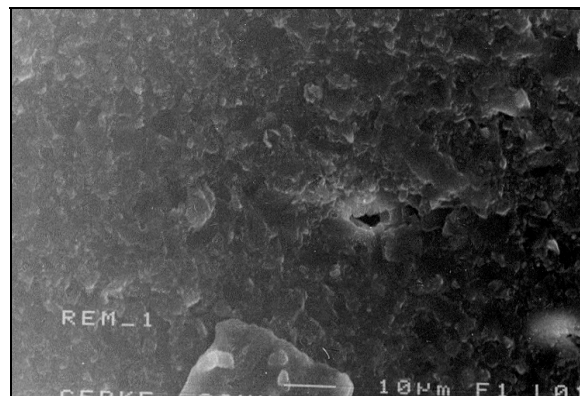


Abb. 8-23: REM-Aufnahme - Isomalt GS-Dragee, Suspension, Pr. 1 (x1000fach)

8.2.2.2 Auswertung der Lagerstabilität - Maltitbedingungen

Instrumentell ermittelte Produktstabilität

Die instrumentelle Untersuchung der Lagerstabilität zeigt, daß die Maltit-Produkte (Suspension und Lycoat®) stärkere Qualitätsverschlechterungen erfahren als das Isomalt GS-Produkt. Die Verpackungen und Luftfeuchtigkeiten haben unterschiedlich starke Auswirkungen. Die Lagerung im Karton zeigt für beide Maltit-Produkte unabhängig von der Luftfeuchtigkeit sehr starke, stetig anwachsende Qualitätsverschlechterungen, die sich besonders bei der Crunch-Zahl und der Austrocknung des Kerns bemerkbar machen. In der Alu-Verpackung zeigt das Produkt der Maltitsuspensionsdragierung hingegen geringe Qualitätsveränderungen. Innerhalb der ersten 6 Wochen sind die beiden anderen Produkte ebenfalls relativ stabil und zeigen nur geringe Qualitätseinbußen. Im weiteren Verlauf der Lagerung nimmt die Elastizität dieser Produkte stark zu, die Crunch-Zahl verringert sich. Insgesamt ist die Qualität nach 6 Monaten Lagerung in den Kartons besser als in der Alu-Verpackung.

Beim Vergleich der Produkte, hergestellt mit dem *F*- bzw. *Z*-Programm, ist wieder der Einfluß des Kerns auf die Produktqualität zu erkennen. Bei beiden Produkten, die mit dem *F*-Programm dragiert wurden, wird der Kern $K_{elliptisch}$ als Grundlage verwendet. Beide Produkte zeigen über die gesamte Lagerzeit sehr geringe, gleichbleibende Qualitätseinbußen. Erst nach 6 Monaten ist bei einer Feuchtigkeit von 70 % r.F. eine stärkere Verschlechterung in der Z-Klick-Box zu erkennen. Das Isomalt GS-Produkt erfährt allerdings etwas größere negative Beeinflussungen als das Maltit-Produkt.

Das aus dem Kern K_{flach} dragierte Maltit-Produkt, hergestellt nach dem *Z*-Programm, ist besonders nach 6 Wochen sehr instabil. Diese Veränderungen sind besonders in der Alu-Verpackung bei 70 % r.F. zu beobachten. Die Veränderung der Qualität in der Z-Klick-Verpackung ist unabhängig von der Luftfeuchtigkeit. Bei Umgebungsbedingungen zeigen die im Karton gelagerten Produkte eine starke Austrocknung.

Sensorisch ermittelte Produktqualität

Die sensorische Bewertung der bei Umgebungsbedingungen gelagerten Produkte zeigt, daß das Maltit-Produkt aus der Suspensionsdragierung die geringste Lagerstabilität aufweist, das Maltit-Produkt aus der Lycoat®-Dragierung bleibt hingegen am stabilsten. Bei den Maltit-Produkten ist sogar innerhalb der ersten 7 Tage eine geringe Qualitätsverbesserung hinsichtlich Härte und Knusprigkeit zu erkennen, die sich aber im Laufe der Lagerung verschlechtert. Alle Produkte, die im Karton gelagert wurden, zeigen geringere Qualitätsverschlechterungen, als die im Alu-Beutel gelagerten Produkte.

Die sensorische Bewertung der Produkte des *Z*- und *F*-Programms zeigt die gleichen Trends wie die instrumentelle Untersuchung. Das Produkt des *Z*-Programms ist qualitativ am schlechtesten,

was sich auch auf die Lagerstabilität auswirkt. Besonders ausgeprägt ist dieses Verhalten in der Alu-Verpackung.

Der Vergleich der beiden Produkte, die mit dem *F-Programm* hergestellt wurden, zeigt ebenfalls, daß das Maltit-Produkt etwas stabiler ist und sich die Qualität sogar innerhalb der ersten 15 Tage leicht verbessert.

8.2.3 Isomalt GS-Dragerungen mit unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten

Da Maltit und Saccharose beim Dragieren in einer höheren Konzentration verwendet werden, werden in diesem Abschnitt Dragerungen mit Isomalt GS-Lösungen bzw. –Suspensionen bestehend aus 65 % bzw. 70 % Trockensubstanzgehalten miteinander verglichen.

8.2.3.1 Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität – Isomalt GS mit unterschiedlichen Trockensubstanzgehalten

Der Vergleich der ‚*schnellen*‘ Dragerung mit 65 %igen bzw. 70 %igen Isomalt GS-Lösungen zeigt, daß die 65 %ige Lösung mit *Pr. 1* zu einem sensorisch besseren Ergebnis führt und nur geringfügig längere Zeit benötigt (Abb. 8-24, Tab. 12-53, Anh. S. LXXIII) als die 70 %ige Lösung.

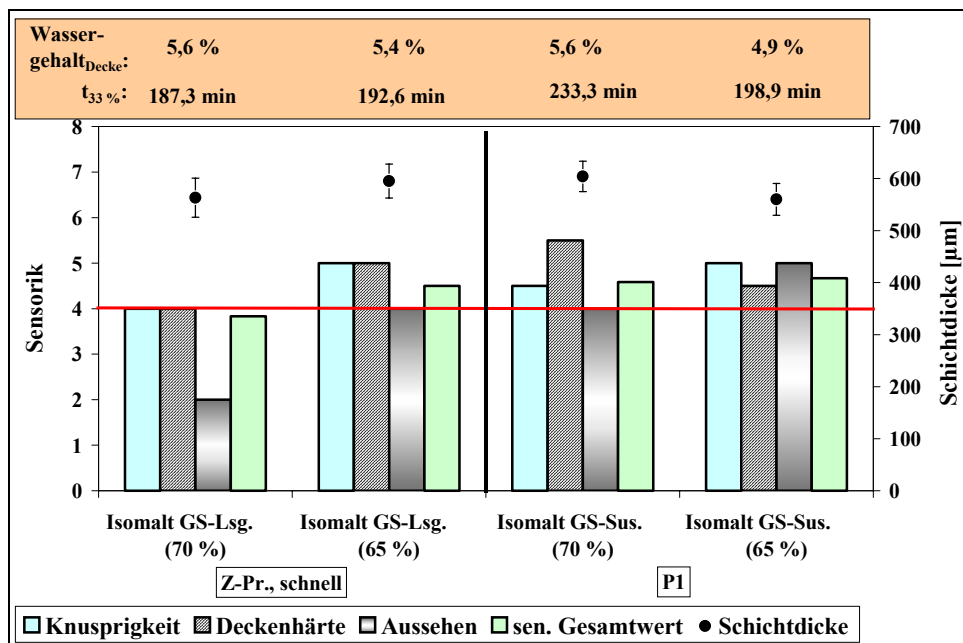


Abb. 8-24: Prozeßparameter und Produktqualität der Isomalt GS-Dragerungen mit unterschiedlichem Trockensubstanzgehalt

Die Ergebnisse der Dragerungen mit dem Standardprogramm (Tab. 12-52, Anh. S. LXXIII) bewirken für beide Konzentrationen zwar gleichwertige sensorische Ergebnisse, die Dragiergeschwindigkeiten unterscheiden sich jedoch deutlich. Die Dragerung mit der 70 %igen Lösung benötigt aufgrund erhöhter Trocknungszeiten wesentlich mehr Zeit.

Die Vermutung, daß Suspensionen zu weicheren und weniger knackigen Drageedecken führen, kann in dieser Versuchsausführung nicht bestätigt werden. Es ist eindeutig zu erkennen, daß beide Produkte der Suspensionsdragerung sensorisch und instrumentell (Abb. 12-37, Anh. S. XXXVII)

zu guten Produkten führen, wobei eine Konzentrationserhöhung keine Beschleunigung des Prozesses bewirkt. Dies wird wahrscheinlich durch die erschwerten Stofftransportbedingungen verursacht, die bei höher konzentrierten Medien zu einem höher viskosen Fließverhalten führen.

8.2.3.2 Auswertung der Lagerstabilität

Instrumentell ermittelte Produktstabilität

Bei der instrumentellen Untersuchung der Lagerstabilität fällt auf, daß die Produkte aus 70 % igen Medien generell stärkere Qualitätsverschlechterungen erfahren als die Produkte der 65 %igen Medien. Die Produkte der ‚*schnelleren*‘ Dragierung werden dabei noch etwas stärker beeinflusst. Verpackung und Luftfeuchtigkeit haben unterschiedliche Auswirkungen auf die Produktqualität. So hat in der Z-Klick-Verpackung die Feuchtigkeit keinen zusätzlichen Einfluß auf die Entwicklung der Qualitätseinbußen, wohingegen sich die Produkte in der Alu-Verpackung bei 70 % r.F. wesentlich stärker verschlechtern. Im großen Karton bei Umgebungsbedingungen trocknen die Kerne aller Produkte wesentlich stärker aus als in der Alu-Verpackung. Am stärksten verschlechtert sich die Crunch-Zahl.

Sensorisch ermittelte Produktqualität

Die sensorische Bewertung der Produkte, die im Karton bzw. in den großen Alu-Verpackungen bei Umgebungsbedingungen gelagert wurden, ergab korrelierend zur instrumentellen Messung, daß die Produkte aus den Medien mit 65 % Trockensubstanzgehalt wesentlich stabiler sind als die aus den 70 %igen Medien. Auch hier wurden die Produkte aus der langsameren Dragierung während der Lagerung wesentlich weniger beeinflusst. Auffällig ist, daß sich bei den feuchteren Produkten der 70 %igen Medien die Deckenhärte positiv entwickelt. Dies wird vermutlich auf die Diffusion des Wassers in den Verpackungsraum zurückzuführen sein. Dieser Effekt ist allerdings nur im Karton zu beobachten, da hier ein Abtransport des Wassers durch den Luftaustausch möglich ist.

8.3 Auswertung des Einflusses von Maschinenparametern auf den Prozeßablauf und die Produktqualität

Die folgenden Dragierungen sollen den Einfluß von drei ausgesuchten Prozeßparametern, wie relative Trommeldrehzahl, Trocknungsluftfeuchte und Dragierprogramm (Abb. 12-38, Tab. 12-54, Anh. S. XXXIX und LXXIV), auf die Dragierzeit bzw. die Ausbeute sowie die Produktqualität veranschaulichen.

In Abb. 8-25 werden die Ergebnisse von zwölf Dragierungen mit abnehmender Trocknungsluftfeuchte dargestellt. Die Dragierbedingungen wurden mit Hilfe der statistischen Versuchplanung unter Berücksichtigung quadratischer Effekte ausgewählt. Nahezu alle Dragierzeiten liegen über den erwarteten 180 min. Es wird angenommen, daß dieser Parameter den größten Einfluß auf die Dragierungen hat.

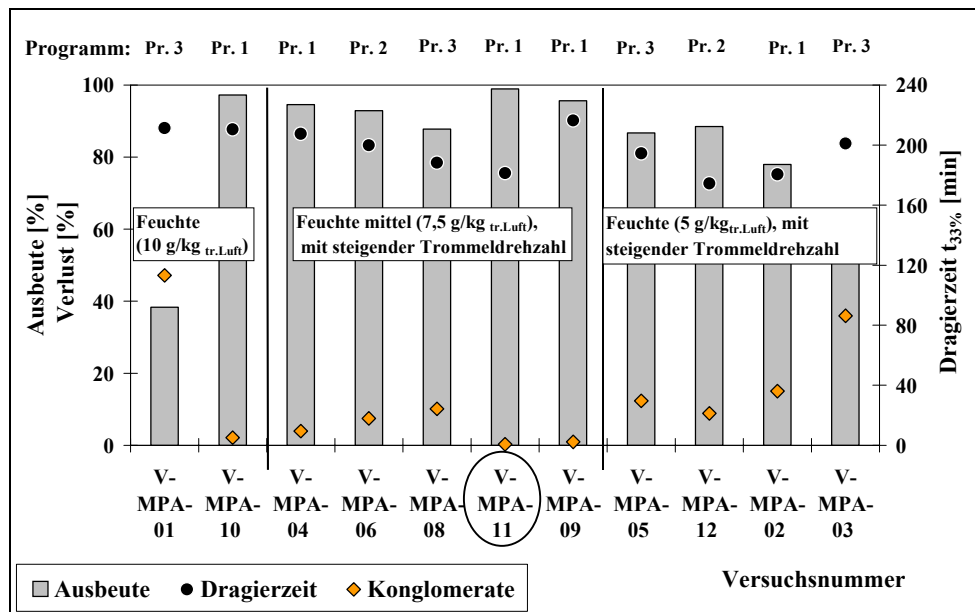


Abb. 8-25: Einfluß der Maschinenparameter auf die Dragiergeschwindigkeit und die Ausbeute

Mit steigender Trommeldrehzahl verkürzt sich die Dragierzeit. Dies ist besonders ausgeprägt bei der mittleren Luftfeuchtigkeit ($7,5 \text{ g}_{\text{Wasser}}/\text{kg}_{\text{tr.Luft}}$). Der Einfluß des *Programms* (Pr. 1, Pr. 2 oder Pr. 3) ist deutlich bei V-MPA-10 (Pr. 1) vs. V-MPA-01 (Pr. 3) und V-MPA-02 (Pr. 1) vs. V-MPA-03 (Pr. 3) zu erkennen. Das langsamste Dragierprogramm Pr. 3 führt zu den längsten Dragierzeiten und verursacht die größte Menge an Verlusten, hauptsächlich in Form von Konglomeraten. Dies ist ungewöhnlich, denn es liegen normale (20 min^{-1}) bis hohe (25 min^{-1}) Trommelgeschwindigkeiten vor. Die Relativgeschwindigkeit zwischen den Kernen müßte demnach groß genug sein, um Verklebungen zu vermeiden. Die Ausbeute der restlichen Dragierungen ist mit Ausnahme von V-MPA-05 und -08 sehr hoch.

Im Versuch V-MPA-11 sind die Parametereinstellungen zur Beurteilung des Prozesses zusammengefaßt, mit denen die besten Prozeßdaten Ausbeute ($\approx 100 \%$) und Dragierzeit ($< 180 \text{ min}$) erreicht werden. Die sensorische Beurteilung dieser Produkte zeigt, daß bei dieser schnellsten Dragierung Dragees mit einer schlechten Qualität hergestellt werden (Abb. 8-26, Tab. 12-55, Anh. S. LXXIV). Alle Produkte - mit Ausnahme von V-MPA-03, -09 und -12 - haben schlechte sensorische Eigenschaften. Allerdings ist das Aussehen bei allen Produkten mit gut bis sehr gut bewertet.

Mit Hilfe der statistischen Auswertung können einige gesicherte Abhängigkeiten (Tab. 12-53, Anh. S. LXXIII) ermittelt werden. Die entsprechenden Wechselwirkungsdiagramme sind im Anhang (Abb. 12-39 bis 12-42, Anh. S. XXXIX bis XLII) dargestellt. Es existieren sehr komplexe Zusammenhänge, die anhand eines Beispiels erläutert werden. Die weiteren Ergebnisse sind tabellarisch aufgelistet (Tab. 8-3).

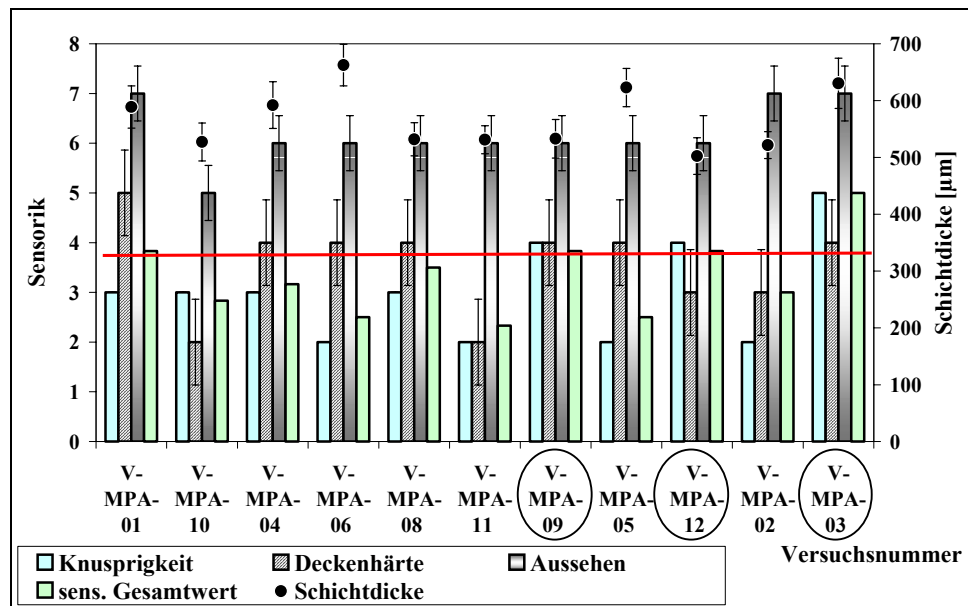


Abb. 8-26: Einfluß der Maschinenparameter auf sensorische Merkmale

Der im Anhang abgelegte Interaktionsgraph zeigt die Auswirkung der Parameter auf die Ausbeute. Wird die Entwicklung der Ausbeute bei den drei fest vorgegebenen Trommelgeschwindigkeiten (unten rechts) betrachtet, so ist - mit Ausnahme der Kombination geringste Drehzahl/Programmänderung (*Pr. 1* zu *Pr. 3*) - eine Ausbeuteminderung im Zusammenhang mit der Feuchtesteigerung und einer Programmänderung zu erkennen. Bei Vorgabe des Programms wird die Ausbeute nur mit *Pr. 1* gesteigert. Alle anderen Programme bewirken in jeder Kombination schlechtere Ausbeuten. Die vorgegebenen Luftfeuchtigkeiten bewirken in Kombination mit den anderen Parametern immer eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Reduzierung der Produktmenge. Beim gewählten Beispiel ergeben sich immer lineare Funktionen (l), was generell auf Haupteffekte hindeutet. Andere Darstellungen zeigen parabelähnliche Verläufe (p) mit einem Minimum (min.) bzw. Maximum (max.), was auf quadratische Beziehungen hindeutet. Zusammenfassend ist zu erkennen, daß die einzelnen Parameter einen sehr unterschiedlichen Einfluß auf die Ergebnisse haben (Tab. 8-3).

Auffällig ist, daß durch die Erhöhung der Luftfeuchtigkeit anscheinend alle sensorischen Parameter verbessert werden. Je langsamer dragiert wird, desto besser wird die Knusprigkeit und das Aussehen.

Für den analytischen Wassergehalt der Drageedecke wird ebenfalls eine statistische Auswertung durchgeführt (Abb. 12-43, Tab. 12-57, Anh. S. XLIII und LXXV). Je geringer der Wassergehalt in der Decke ist, desto bessere sensorische Eindrücke können erwartet werden. Aus der durchgeführten Untersuchung ergibt sich, daß die Erhöhung der Feuchte in der Trocknungsluft in Abhängigkeit zu den anderen Parametern zu einer Reduzierung des Wassergehalts der Decke führt.

Tab. 8-3: Tabellarische Darstellung der Ergebnisse der statistischen Auswertung - MPA

feste Vorgaben	Ausbeute		Knusprigkeit		Bruchverhalten		Aussehen	
	sinkt	steigt	sinkt	steigt	sinkt	steigt	sinkt	steigt
> Drehzahl	l	←	p	→	Feuchte, l	←	Feuchte, l	←
Gegensatz	mit 12 min ⁻¹ + Pr.		mit 12 min ⁻¹		Pr., l		Pr., l	
Pr. 1/2/3	l	←	p	→	Feuchte, l	←	l	→
Gegensatz	Pr. 1 + > Feuchte; Pr. 1 + < Drehzahl		p, min. ca. 19 min ⁻¹		p, max. ca. 18 min ⁻¹		Pr. 1 + > Feuchte	
> Feuchte	l	←	l, p	→	Pr., l	→	l	→
Gegensatz			min. ca. 18 min ⁻¹		Drehzahl p		Feuchte min. + Pr.	

Bisher wurde die statistische Versuchsplanung zur Erfassung von Einflüssen der Trocknungsparameter auf die Zuckerdragierung verwendet^[143]. Die berechneten Daten stimmten jedoch nur wenig mit den tatsächlichen Resultaten überein.

Werden für die Ergebnisse entsprechende Grenzen (Bereiche) vorgegeben, erlaubt die statistische Versuchsplanung unter den gegebenen Umständen die Berechnung der optimalen Einstellung der untersuchten Parameter. In Tab. 8-4 wird für die drei betrachteten Teilbereiche Ausbeute, Sensorik und Analytik diese Berechnung durchgeführt. Die entsprechenden Diagramme sind im Anhang aufgeführt (Abb. 12-44 und 12-45, Anh. S. XLIV und XLV). Dies bedeutet, daß zur Berechnung der Optimalwerte nur die aktuellen Versuchsergebnisse als Berechnungsgrundlage dienten.

Tab. 8-4: Parameter der berechneten optimalen Dragierung

Parameter	Ausbeute Bereich: 80-100 %	Knusprigkeit/Bruchverhalten/ Aussehen Bereich: 4-8	Wassergehalt (gesamt) Bereich: 3,2-5 %
Luftbeladung [g _{Wasser} /kg _{tr.Luft}]	9,4	7,6	10
Programm Nr.	1	3	1
Trommeldrehzahl [min ⁻¹]	21,7	25	17,4
Resultat:	100 %	Knusprigkeit: 6,1 Bruchverhalten: 3,3 Aussehen: 6,9	4,05 %

8.4 Auswertung des Einflusses von Zusätzen auf das Dragieren

Die Verwendung von Zusatzstoffen in den Dragiermedien ist durchaus üblich. Gerade bei den Formulierungen mit Zuckeraustauschstoffen finden Gummi arabicum (*Ga*) und Titandioxid (*TiO₂*) Verwendung. Es soll untersucht werden, welchen Einfluß diese beiden Zusätze tatsächliche auf den Prozeßablauf und die Produktqualität haben. Da zudem weitere drei Zusatzstoffe, wie CMC (Blannose), TWEEN 60 (*TW 60*) und Zuckerester Sisterna SP 70 (*Sp 70*) zum Einsatz kommen, wird nach einem D-optimalen Versuchsplan gearbeitet. Mit möglichst geringem Aufwand sollen Beeinflussungen und Abhängigkeiten dieser fünf Zusätze ermittelt werden. Es werden 16 der 21 vorgegebenen Dragierungen mit einer Isomalt GS-Suspension (Feststoffpartikel sind aus Isomalt ST) durchgeführt.

8.4.1 Auswertung des Prozeßablaufs und der Produktqualität

Die 16 Versuche werden in zwei Gruppen geteilt und jede Gruppe wird für sich diskutiert. In der ersten Gruppe sind die Dragierungen mit Kombinationen von *Ga*, *TiO₂* und *TW 60* zusammengefaßt. Die andere Gruppe besteht aus Rezepturen, bei denen zusätzlich oder ausschließlich *Sp 70* und *CMC* enthalten sind.

Versuch *V-ZS-6* ist aufgrund der extremen Rezeptur fehlgeschlagen und konnte auch nicht wiederholt werden. Diese Rezeptur ist als extrem einzustufen, weil sie alle 5 Zusätze in der jeweiligen maximalen Konzentration enthält. Die Ausbeute der restlichen Dragierungen ist sehr gut (Abb. 8-27 und Abb. 12-46, Anh. S. XLVI). Lediglich einige Versuche der zweiten Gruppe zeigen Ausbeuten $\leq 90\%$. Dies sind Kombinationen mit *Sp 70*. Alle Dragierzeiten sind, verglichen mit den zu erwartenden 180 min von Isomalt GS-Standarddragierungen, verhältnismäßig hoch (≥ 210 min). Sogar der Versuch *V-ZS-7*, der ohne jeglichen Zusatz durchgeführt wird, zeigt diese Entwicklung.

Die Doppelversuche *V-ZS-8* und *-15*, mit jeweils 5 % *Ga* und 1 % *TiO₂*, und *V-ZS-2* und *-19*, mit jeweils 5 % *Ga* und 1 % *TW 60*, sind jeweils nahezu identisch, wobei die schlechteren Werte von *V-ZS-15* auf Probleme während des Prozesses hindeuten. Die Dragierzeiten der zweiten Gruppe (Abb. 12-46, Anh. S. XLVI) werden deutlicher durch die Kombinationen beeinflusst. Die Dragierungen mit *CMC* (*V-ZS-2*, *-16* und *-20*) und Dragierungen mit drei Zusatzkomponenten (*V-ZS-5* und *-21*) haben die längsten Dragierzeiten.

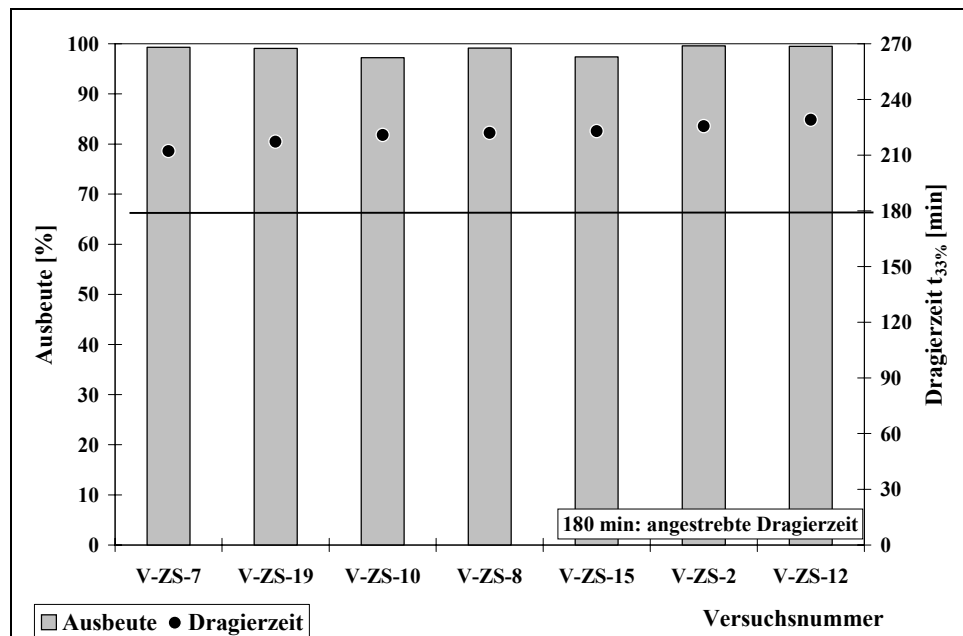


Abb. 8-27: Einfluß der Zusätze *Ga*, *TiO₂* und *TW 60* auf die Dragierzeit und die Ausbeute

Die sensorische Qualität ist bei allen Produkten mittelmäßig bis schlecht. Lediglich die Produkte aus *V-ZS-7* und *V-ZS-19* (Markierung) der ersten Gruppe (Abb. 8-28) erreichen einen sensorischen Gesamtwert > 4 .

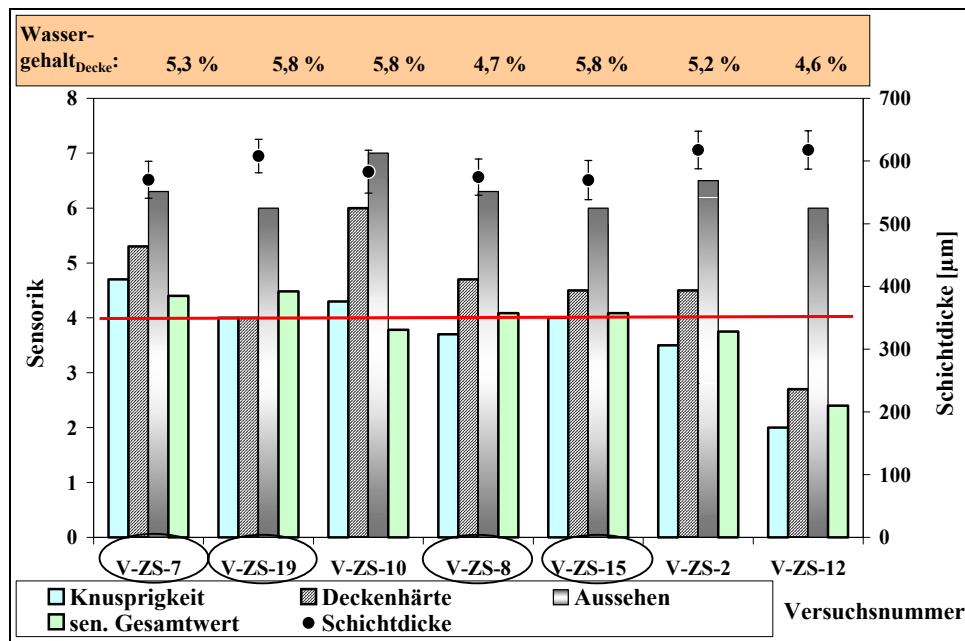


Abb. 8-28: Einfluß der Zusätze Ga, TiO₂ und TW 60 auf sensorische Merkmale

Vier Produkte (Markierung) der zweiten Gruppe erreichen immerhin eine Gesamtbewertung von ca. 5 erreicht (Abb. 12-47, Anh. S. XLVI). Insgesamt sind diese Produkte härter, als die der ersten Gruppe.

Die Schichtdicke aller dragierten Produkte liegt im Bereich $600 \mu\text{m} \pm 50 \mu\text{m}$. Dieser sehr enge Bereich deutet daraufhin, daß hier der Einfluß der unterschiedlichen Schichtdicken auf die ermittelten Meßwerte nicht wahrnehmbar ist. Der gemessene Wassergehalt der frischen Drageedecken liegt in dem breiten Bereich zwischen 4,6 % und 7,6 %. Die tatsächliche Auswirkung des Wassergehalts auf die sensorische Qualität der Produkte ist nicht eindeutig zu erkennen. Einzig bei der Doppeldragierung *V-ZS-13* und *-14*, dessen Rezeptur 5 % *Ga* und 0,5 % *Sp 70* beinhaltet, ist ein außergewöhnlich hoher Wassergehalt ermittelt worden. Der Wassergehalt bei *V-ZS-13* (7,6 %) scheint zu hoch zu sein, so daß die sensorische Qualität deutlich schlechter als bei *V-ZS-14* (6,0 %) ist. Die Auswirkung der einzelnen Zusätze auf die Produktqualität ist nicht eindeutig zuzuordnen.

Aus den vorliegenden instrumentellen Meßdaten ist eine Qualitätseinstufung nur schwer möglich. Ein gutes Produkt hat eine möglichst große Crunch-Zahl, einen hohen Knusprigkeits- und Festigkeitswert und eine geringe Elastizität (Abb. 8-29, Tab. 12-58, Anh. S. LXXV). Diese Kombination ist für *V-ZS-7* und *V-ZS-10* der ersten Gruppe annähernd gegeben, wobei dieses Ergebnis nur bei *V-ZS-7* auch durch die sensorische Bewertung bestätigt wird.

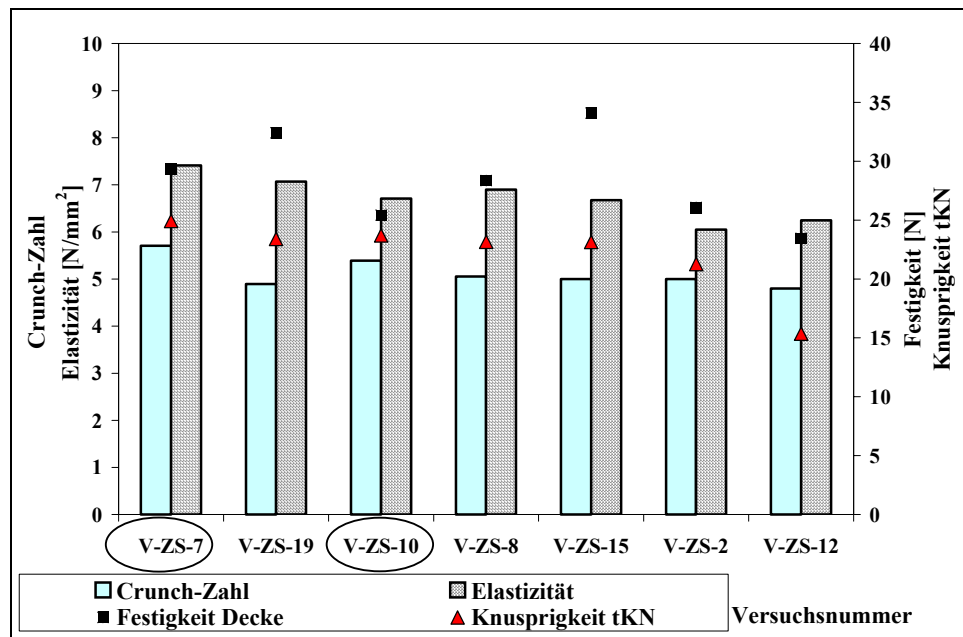


Abb. 8-29: Einfluß der Zusätze GA, TiO₂ und TW 60 auf instrumentelle Merkmale

Anders stellen sich die Ergebnisse der zweiten Gruppe dar. Hier zeigen die instrumentellen Daten wesentlich bessere Qualitäten (Abb. 12-48, Tab. 12-59, Anh. S. XLVII und LXXVI). Es werden höhere Crunch-Zahlen und Knusprigkeitswerte ermittelt. Die beiden besten Produkte ergeben, wie bei der sensorischen Bewertung, die Versuche *V-ZS-16* und *-14*. Der Trend zwischen der humanen und instrumentellen Bewertung ist bei beiden Versuchsgruppen gleich, dennoch ist nur zwischen den beiden Attributen Knusprigkeit (sensorisch *KN* und instrumentell *tKN*) eine Korrelation mit $R^2 = 0,85$ zu erkennen.

Die sehr stark schwankenden Ergebnisse dieser Versuchsreihe machen sich auch in der statistischen Auswertung bemerkbar und führen zu wenig auswertbaren Attributen. In Tab. 8-5 sind die Einflüsse der fünf Zusätze für die drei auswertbaren Attribute Bruchverhalten (*BV*), Crunch-Zahl (*CZ*) und instrumentelle Knusprigkeit (*tKN*) zusammengefaßt. Die Regressionsdaten sind im Anhang (Tab. 12-60, S. LXXVI) tabellarisch dargestellt. Die Werte für diese Attribute erhöhen sich mit der Menge jedes zugegebenen Zusatzstoffes. Allerdings gibt es auch für jeden Zusatzstoff Kombinationen, die eine Qualitätsverschlechterungen bewirken. Die Crunch-Zahl scheint vom *TiO₂* nicht beeinflußt zu werden, wohingegen *Ga* in jeder Kombination und Konzentration zu einer Qualitätsverschlechterung führt. Die Wechselwirkungen sind zusätzlich grafisch im Anhang hinterlegt (Abb. 12-49 bis 12-51, S. XLVIII und LI).

Eine separate Auswertung der Gruppe 1 gibt eine statistische Sicherheit für die sensorischen und instrumentellen Werte der Knusprigkeit (*KN* und *tKN*), dem Bruchverhalten (*BV*), die Deckenhärte (*DH*) und die Crunch-Zahl (*CZ*) (Tab. 12-61, Anh. S. LXXVI). Diese Auswertung läßt ebenfalls darauf schließen, daß alle *Ga*-Konzentrationen einen negativen Einfluß auf alle Attribute haben, daß *TiO₂* hat hingegen keinen Einfluß, und *TW 60* z.T. in Abhängigkeit von der Konzentration ei-

nen positiven Einfluß auf die Attribute haben. Die Optimierung mit der statistischen Auswertung berechnet eine Rezeptur, die ohne die Zugabe eines Zusatzes auskommt.

Tab. 8-5: Tabellarische Darstellung der Ergebnisse der statistischen Auswertung - ZS

feste Vorgaben	BV		CZ		tKN	
	sinkt	steigt	sinkt	steigt	sinkt	steigt
CMC	→		→		→	
Gegensatz			Ga, TW 60	←	Ga, TiO ₂	←
Ga	→				→	
Gegensatz	CMC,	←			TW 60, z.T. CMC ←	
Sp 70	→		→		→	
Gegensatz	CMC, TiO ₂	←	CMC, TW 60	←	Ga, TW 60	←
TiO ₂	→				→	
Gegensatz					Ga, TW 60 ←	
TW 60	→		→		→	
Gegensatz	CMC	←	Sp 70, TW 60 ←			

Aufgrund einiger nicht auswertbaren Dragierungen ist eine Korrelation zu den ermittelten rheologischen Daten schwer herzustellen. Es kann nicht eindeutig geklärt werden, ob z.B. TWEEN 60 einen positiven Einfluß auf die Ausbildung einer gleichmäßigen Deckenoberfläche durch Viskositäts- und Grenzflächenspannungsniedrigung ausübt, aber einen negativen Einfluß auf die Kristallisation hat, wodurch ein weiches, elastisches Produkt entstehen würde. Es ist lediglich eindeutig zu erkennen, daß die Verwendung von CMC - das als einziger Zusatz entscheidend zur Viskositätserhöhung beiträgt - auch auf die Durchführung von Dragierungen einen negativen Einfluß ausübt. Im Prozeß zeigt sich der negative Einfluß zum einen durch einen sehr schlechten Sprühstrahl, zum anderen treten starke Klebeneigungen auf, wodurch eine geringe Ausbeute erzielt wird. Die Verwendung von zu vielen Zusätzen in einer Rezeptur führt größtenteils - sowohl während des Prozesses als auch im Endprodukt - zu negativen Ergebnissen. Die Zusätze beim Dragieren müssen sehr genau aufeinander abgestimmt werden.

Das beste Produkt wird mit dem reinen Zuckeralkohol und optimal abgestimmten Prozeßparametern erzielt.

8.4.2 Auswertung der Lagerstabilität – Einfluß von Zusatzstoffen

Zur Charakterisierung der Lagerstabilität kann die statistische Auswertung nur bedingt eingesetzt werden. Die vielen Schwankungen und recht wenig abgesicherte Regressionsdaten lassen den Einfluß von Luftfeuchtigkeit, Temperatur und Verpackung auf die Lagerstabilität nur vermuten. Wenn diese Auswertung herangezogen werden kann, dann nur für die instrumentell ermittelten Daten, wie Kauarbeit, Deckenhärte, Kernhärte, Elastizität und technischen Knusprigkeit. Die sensorischen Daten sind nicht statistisch auswertbar.

Instrumentell ermittelte Produktstabilität

Die Betrachtung der meßtechnischen Attribute zeigt, daß bei fast allen (15) Versuchen - mit Ausnahmen der Versuche V-ZS-2, -10 und -18 - spätestens nach 15 Tagen Lagerung die Crunch-Zahl

(CZ) sinkt. Für die restlichen Attribute werden im Verlaufe der Lagerung höhere Werte gemessen, wobei das Maximum nach einer Lagerzeit von 6 Wochen erreicht wird. Dies deutet auf die Austrocknung der Kerne hin, die zudem eine Steigerung der Knusprigkeit (tKN) zur Folge hat. Die sensorische Auswertung der Produkte zeigt, daß diese instrumentell ermittelte Knusprigkeit jedoch nicht mit einem positiven Mundgefühl Knusprigkeit bewertet wurde. Produkte mit Erhöhung des tKN -Wertes werden oftmals als sehr spröde, z.T. bröcklig beschrieben. Einige Versuche zeigen während der ersten 15 Tage Lagerung kaum Qualitätsänderungen (*V-ZS-16, -20*) oder erfahren sogar eine Qualitätsverbesserung, die auf eine Art Nachreifung (nachhaltiges Trocknen der Drageedecke bis zur Gleichgewichtsfeuchte) der Drageedecke zurückzuführen ist (*V-ZS-5, -13*).

Sensorisch ermittelte Produktstabilität

Sensorisch zeichnen sich zwei Trends ab. Die Qualität eines Großteils der Produkte hat sich innerhalb 7-tägiger Lagerung verbessert (*V-ZS-2, -7, -12, -14, -15, -18, -19, -21*), wobei einige Produkte sogar während der weiteren Lagerung relativ konstante Qualitäten bzw. teilweise sogar eine weitere Verbesserung aufweisen. Die restlichen Produkte zeigen im Verlauf der Lagerung z.T. deutliche Qualitätseinbußen, die speziell durch das Erhärten des Kerns und durch die Verschlechterung der Knusprigkeit zu charakterisieren sind.

Es gibt zwar ähnliche allgemeine Trends für die Human- und Instrumentellsensorik, es konnte jedoch trotzdem keine Korrelation gefunden werden.

Instrumentell ermittelte Produktstabilität bei 60 % r.F. und 70 % r.F. in Z-Klick-Boxen

Ein Einfluß der Feuchte (60 % vs. 70 % r.F.) auf die in Z-Klick-Boxen verpackten Produkte kann innerhalb der ersten 15 Tage nicht festgestellt werden. Bei fast allen Versuchen – mit Ausnahme von *V-ZS-10* und *-18* – sinkt die CZ. Zudem sinkt bei den Versuchen *V-ZS-8, -9, -13* und *-21* die Elastizität, die Deckenstruktur verfestigt sich, was z.T. auch sensorisch ermittelt wurde. Selbst nach 6 Wochen ist bei den meisten Versuchen kein Unterschied in der Entwicklung der Qualitätsänderung in Abhängigkeit der Luftfeuchtigkeit zu verzeichnen. Lediglich bei den Versuchen *V-ZS-7, -12* und *-19* hat die Trocknungsluft mit 70 % r.F. einen weniger qualitätsverschlechternden Einfluß als mit 60 % r.F. Insgesamt zeigt der Versuch *V-ZS-15* die geringste Veränderungen während der gesamten Lagerung.

Alle Produkte deuten, abhängig von der Ausgangsqualität (Wassergehalt der Decke, Attributeausprägung) des einzelnen Produktes, auf eine mehr oder weniger stark ausgeprägte Qualitätsbeeinflussung während der Lagerung. Einige Produkte erfahren während der Lagerung eine kurzzeitige Verbesserung der Knusprigkeit, die wahrscheinlich auf die Abgabe von überflüssigem Wasser aus der Decke in die Umgebungsluft zurückzuführen ist. Häufig verschlechtert sich die Qualität während der weiteren Lagerung, weil das Wasser aus dem Kern in die Decke diffundiert. Diese Veränderungen sind auf nicht optimal getrocknete Drageedecken zurückzuführen. Es ist daher da-

von auszugehen, daß die Dragierungen für diese Rezepturen zu schnell waren bzw. daß die unterschiedlichen Rezepturkombinationen individuelle Dragierbedingungen benötigen, was hier nicht berücksichtigt wurde. Auffällig ist jedoch, daß viele Versuche mit der Kombination *Sp 70* und *Ga* die geringsten Qualitätsveränderungen oder sogar -verbesserungen erfuhren.

8.5 Zusammenfassung der Dragierungen

Für alle vier Dragierkomplexe-, Kern-, Rohstoff-, Maschinenparameter- und Zusatzstoffeinfluß – ist grundsätzlich zu erkennen, daß die Art (Geometrie, Oberflächenbeschaffenheit, Zusammensetzung) des verwendeten Kerns das Endprodukt maßgeblich charakterisiert und die Entwicklung während der Lagerung entscheidend beeinflusst. Alle Produkte unterliegen während der Lagerung von 3 bzw. 6 Monaten einer unterschiedlich stark ausgeprägten Austrocknung. Die Verpackungsart (Pappkarton vs. Alu-Verpackung) bewirkt abhängig vom jeweiligen Rohstoff unterschiedliche Veränderungen.

Die statistische Auswertung ist nur bedingt zu verwenden und führt nur für vereinzelte Attribute und Parameter zu gesicherten Modellen.

Alle vier untersuchten Disaccharide ergeben ein spezifisches Produkt, wobei – mit Ausnahme von Saccharose – für die Dragierung ein spezielles Programm mit den jeweils entsprechenden Parametern verwendet werden muß. Die Lagerbedingungen müssen ebenfalls individuell angepaßt werden.

Die Suspensionsdragierung ist bei den beiden Isomalt-Varianten ohne Probleme einsetzbar. Die Produkte werden durch kurze Dragierzeiten und gute, aber charakteristische Produktqualitäten charakterisiert. Die Kristallstruktur ist grober und heterogener. Sensorisch werden grobere Bruchstücke und ein etwas dumpferes Geräusch empfunden. Darüber hinaus sind diese Produkte sehr lagerstabil. Das Maltitsuspensionsprodukt zeigt deutliche, negative Abweichungen im Vergleich zu Lösungsdragierungsprodukten, was sich auch durch verminderte Lagerstabilität bemerkbar macht.

Die statistische Auswertung der Ergebnisse der Polyoldragierungen in Kombination mit der Kernqualität, ermöglicht die Berechnung optimaler Dragierbedingungen: Verwendung von Saccharose und einem Kern mit dem kleinsten Formfaktor.

Es zeigt sich, daß ein zu schnelles Dragieren, bewirkt durch die Wahl des Dragierprogramms, zu einer unbefriedigenden Produktqualität führt. Mittlere bis hohe Trommeldrehzahlen bewirken eine hohe Ausbeute und Produktqualität. Der Einfluß der Luftfeuchtigkeit ist nicht eindeutig zu beschreiben, sondern ist stark von der Kombination mit den anderen beiden Parametern abhängig.

Bei der Verwendung von verschiedenen Zusätzen (Gummi arabicum, CMC, TWEEN 60, Sisterna SP 70, Titandioxid) ist die Qualität der Produkte, abgesehen vom Attribut Aussehen, mittel bis schlecht. Dies kann möglicherweise auf das verwendete vereinheitlichte Programm zurückzuführen sein. Kombinationen von zu vielen Zusätzen haben den größten negativen Einfluß auf den Prozeß-

ablauf, wobei die Produktqualität teilweise noch zu akzeptieren ist. CMC zeigt hier deutlich den schlechtesten Einfluß.

Die separate Bewertung der drei gängigsten Zusätze *Ga*, *TW 60* und *TiO₂* zeigt, daß *Ga* in jeder Konzentration einen negativen, *TiO₂* überhaupt keinen und *TW 60* teilweise einen positiven Einfluß auf die Produktqualität ausübt. Die Berechnung der optimalen Rezeptur gibt an, daß Dragiermedien ohne jeglichen Zusatz verwendet werden sollte.

9 Hinweise für weiterführende Arbeiten

Materialwissenschaftliche Untersuchungen sind im Zusammenhang mit dem Dragierprozeß in Literatur und Praxis der Dragiertechnik bisher selten beschrieben. Gerade im Bereich der fluiddynamischen Kennwerte als einem Element der Mikroengineering-Ebene ergeben sich Möglichkeiten, nutzbares Wissen über Interaktionen einzelner Zuckeralkohole in unterschiedlichsten Kombinationen zu erhalten. Eine intensive Untersuchung von Suspensionseigenschaften bzw. des Einflusses des Feststoffgehaltes auf die rheologischen Eigenschaften sowie die Beeinflussung der Drageequalität sind zu empfehlen. Darüber hinaus sollten weiterführende Aussagen zur Suspensionsviskosität ermittelt werden, wobei der Schwierigkeitsgrad der Suspension hinsichtlich des Volumenbruchs beachtet werden sollte. Zudem wäre es von großer Bedeutung die rheologischen Ergebnisse parallel mit dem Kristallisationsverhalten zu erfassen. Hierfür wäre die Adaption der Methode von *Shastry*^[86] sinnvoll. *Shastry*^[86] untersuchte in diesem Zusammenhang das Kristallisationsverhalten von Saccharose in dünnen Filmen, deren Bedingungen an Dragierbedingungen angepaßt werden.

Das Verhalten in bzw. an Phasengrenzen sollte durch weitere Untersuchungen zur Erfassung spezieller Benetzungseigenschaften zwischen Kern- bzw. Drageeoberfläche und Dragiermedium (Sessile Drop-Methode) sowie durch die Ermittlung von Oberflächenenergien (Pendant Drop-Methode) weiter untersucht werden. Die Oberflächenwechselwirkungen ermöglichen weitere Auskünfte über das Zusammenspiel von Dragiermedium und Kernoberfläche. Außerdem könnten mit Hilfe der Sessile Drop-Methode die Diffusionseigenschaften, von z.B. Glycerin und Wasser aus dem Kern in die Decke ermittelt werden. Dadurch könnte die Beeinflussung der Lagerstabilität von Produkten unterschiedlicher Zuckeralkohole in Abhängigkeit des Glyceringehaltes des Kerns simuliert werden.

Unter anderem ist Glycerin für das Verhalten des Kerns sehr wichtig, was darauf schließen läßt, daß eine systematische Untersuchung des Einflusses der Kernrezepturen auf die Produktqualität von großer Bedeutung ist. Dazu sollten mindestens drei Kerne betrachtet werden, die sich nicht in der Geometrie aber im Glyceringehalt unterscheiden. Mit Hilfe der statistischen Versuchsplanung könnte auf diese Versuchsreihe modular aufgebaut werden. Im späteren Verlauf könnten dann auch Veränderungen der Rezeptur durchgeführt und deren Auswirkung analysiert werden. Im Laufe dieser Arbeit könnten ergänzend zum Formfaktor *FF* weitere Faktoren zur Vorbestimmung der Eignung eines Kerns erarbeitet werden.

Im Bereich Dragieren sollten weitere systematisch durchgeführte Untersuchungen in den in dieser Arbeit diskutierten Themen (Kerneinfluß - Glycerin, spezielle Formen, besondere Oberflächen - , Trockensubstanz des Dragiermediums - z.B. 55 % bis 75 % - , weitere Zusatzstoffe, Prozeßparameter, etc.) durchgeführt werden. Das Equipment, speziell die Zuverlässigkeit der Dosierungseinrichtung und der Trocknungseinheit, ist in diesem Bereich von größter Bedeutung. Erst durch viele

kleine Versuchsreihen und mit der Unterstützung einer statistischen Auswertung, kann der Dragierprozeß realer abgebildet und ein applikationsfähiges Modell determiniert werden.

10 Zusammenfassung

Ziel der vorliegenden Arbeit ist die Untersuchung des komplexen und komplizierten Dragierprozesses, um nach der systematischen Analyse des Prozesses einfache und nachvollziehbare Zusammenhänge abzuleiten. Aus diesem Grund wird der Prozeß in drei Hauptuntersuchungsgebiete aufgeteilt: die Beschaffenheit des Kernrohlings, die Formulierung des Dragiermediums sowie die Prozeßparameter des Dragierens. In diesen Bereichen werden materialwissenschaftliche Kennwerte von Dragiermedien und Kaugummikernen erfaßt und die Dragiertechnologie begutachtet. Darüber hinaus wird ein vierter Bereich, die Qualitätsbeurteilung, entwickelt.

Die Ermittlung der materialwissenschaftlichen Kennwerte beinhaltet u.a. die granulometrische Untersuchung der Dragiersuspension, die lediglich bei den Isomalt-Varianten verwendet wird. Die Stabilität der Suspension ist abhängig von der Konzentration der kontinuierlichen Phase und des Feststoffgehalts (Isomalt GS > Isomalt ST > Isomalt GM). Die ausgeprägte Metastabilität der Isomalt GM- und einiger Isomalt ST-Suspensionen führt zu permanenten Änderungen der Kennwerte der Stoffsysteme, was sich technologisch bemerkbar macht. Veränderungen im System können durch Zusatzstoffe verstärkt oder vermindert werden.

Für das Processing und das Dragierverhalten sind rheologische Untersuchungen von besonderer Bedeutung. Die Versuchsergebnisse der Spannversuche dienen der optimierten Herstellung und Applikation des Coatens. Die durch Oszillationsuntersuchungen gewonnenen Ergebnisse geben direkte Hinweise auf die Systemumwandlungen beim Dragierprozeß wieder. Die Eignung der Dragiermedien für den Aufbau der kristallinen Schichten ist aus Vorversuchen erkennbar. Aufgrund der rheologischen Untersuchungen in der Mikroebene ist von Isomalt ST über Isomalt GS bis hin zu Maltit eine Reduzierung der Dragiergeschwindigkeit zu erwarten. Die Ausprägung sensorischer und instrumenteller Produktmerkmale wird durch die Zusammensetzung des Rohstoffs (Zwei- bzw. Einzel-Komponenten-System) und durch das Verhältnis im Gemisch beeinflusst.

Die rheologischen Kennwerte sind eng mit den Aktionen in Grenzschichten verbunden. Daher wird ein weiterer materialwissenschaftlicher Kennwert, die Grenzflächenspannung, untersucht.

Insgesamt haben alle gesättigten Lösungen mit $T \geq 40\text{ °C}$ eine größere Grenzflächenspannung als Wasser ($\sigma_{20\text{ °C}} = 72,9\text{ mN/m}$). Bei 25 °C ist die Oberflächenspannung aller Lösungen kleiner als beim Wasser, was einen Hinweis auf grenzflächenaktive Inhaltsstoffe gibt.

Der Anstieg der Oberflächenspannung korreliert mit dem Anstieg der Löslichkeitskonzentration der Zuckeralkohole (Isomalt GM < Isomalt ST < ... < Sorbit < Xylit). Die Suspensionen mit 10 % und 20 % Feststoffanteil verhalten sich im vorgegeben Temperaturbereich wie gesättigte Lösungen.

Der einzige Unterschied besteht darin, daß sich mit steigendem Feststoffgehalt die Grenzflächenspannung etwas verringert.

Zusätze beeinflussen auf unterschiedliche Art die Oberflächenspannung und deren Alterungserscheinungen. Gummi arabicum, TWEEN 60, Sisterna SP 70 und Methylcellulose bewirken eine Erniedrigung der Oberflächenspannung, die sich über den gesamten Meßzeitraum fortsetzt. Eine Überdosierung hat keinen positiven Effekt auf die Oberflächenpannungsentwicklung. Es ist eher anzunehmen, daß sich anstelle der zusätzlichen Verbesserung der Verteilung des Mediums noch erschwerende Bedingungen für den Kristallisationsprozeß ergeben werden.

Die Erfassung der Benetzbarkeit von Kaugummikernen ist ein hilfreiches Charakteristikum des Kerns, wodurch im voraus eine Abschätzung zur Dragierbarkeit des Kerns durchgeführt werden kann. Zudem wird bestätigt, daß die Vorgummierung eine vorteilhafte Präparation der Kaugummikerne darstellt.

Nach der Erfassung von materialwissenschaftlichen Kennwerten wurden Dragierungen mit unterschiedlichen Schwerpunkten durchgeführt und untersucht.

Von größter Bedeutung für die Dragiertechnologie sind der Kern- (Geometrie, Oberfläche, Inhaltsstoffe) und Rohstoffeinfluß (Zuckeralkohole) sowie Zusätze und die Maschinenparameter.

Die statistische Auswertung ist hier nur bedingt zu verwenden und läßt nur für vereinzelte Attribute und Parameter statistisch gesicherte Modelle berechnen. Dies ist auf die Komplexität und die vielen teilweise unbekannten Einflüsse und Wechselwirkungen innerhalb des Prozesses zurückzuführen.

Zwischen den sensorisch und instrumentell ermittelten Qualitätsmerkmalen ist derzeit keine Korrelation zu erfassen, wobei für beide Merkmale ähnliche Trends zu beobachten sind. Die Qualitätsänderungen des Kerns werden sehr gut durch die instrumentellen Attribute Kernhärte (*KH*) und Kauarbeit (*KA*) beschrieben, die Drageedecke durch die Härte (*DH*) und Knusprigkeit (*tKN*). Die sensorische Untersuchung gibt gute und verständliche Aussagen über die speziellen, unterschiedlichen Charakteristiken der Dragees.

11 Literaturverzeichnis

- [1] *Weber, W.*, 1994: Naschen ohne Karies,
Süßwaren 1-2, 12 und 13;
- [2] *Anonym.*, 1998: Future growth guaranteed in the chewing gum sector,
Confection June, 25-27;
- [3] *Anonym*, 2002: Der Kaugummimarkt 2001,
Süßwarenproduktion, Nr. 7;
- [4] *Kammerer, Dr. F.X.*, 1972: Zuckeraustauschstoffe bei der Süßwaren-Herstellung,
Kakao und Zucker 5, 184-190;
- [5] *Krüger, C.*, 1997: Süße, die die Zähne pflegt,
Süßwaren 6, 12-14;
- [6] *Anonym.*, 1997: Kurs: Wachstum,
Süßwaren 6, 15-16;
- [7] *The global market for polyols*, 2001: Polyols to reach 1,4 Bn \$,
International food ingredients, No. 6, 39;
- [8] *Bayerköhler, Th.*, 1994: Isomalt/Palatinit® - Herstellung zuckerfreier Dragees,
Nationales ZDS-Praktikum PNZ-34, Palatinit Süßungsmittel GmbH, Mannheim;
- [9] *Palatinit Süßungsmittel GmbH.*, 1999: New Isomalt family,
The world of ingredients, July/August, 44;
- [10] *Kolber, A.*, 1974: Einsatz von Zuckersorten beim Dragieren,
Kakao + Zucker, 10, 291-297;
- [11] *Bauer, K.H.; Lehmann, K.; Osterwald, H. P.; Rothgang, G.*, 1988: Überzogene
Arzneiformen,
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft mbH Stuttgart;
- [12] *Sonnedecker, G.; Griffenhagen, G.*, 1980: Sugarcoating the Pill: a historical
perspective,
Pharmaceutical Technology, Nr. 4, 77-80;
- [13] *Selmeczi, B.; Somogy, J.*, 1965: Über den Einfluß der Form des Drageekerns auf die
Technologie der Drageebereitung,
Pharmazeutisch-technologisches Institut d. Medizinischen Universität Szeged,
Ungarn, 604-606;
- [14] *Talignani, A.*, 1978: Technologie der Herstellung von Kaugummi und Bubble-Gum
Einlagen,
ZSW, Bd. 32, H. 2; 49-52;
- [15] *Müller, H.*, 1981: Production and flavouring of sucrose and sugar-substitute chewing gum,
Confectionery Manufacture and Marketing, July/August, 7-18;
- [16] *Hoffman, H.; Mauch, W.; Untze, W.*, 1985: Zucker und Zuckerwaren,
Verlag Paul Parey, Berlin und Hamburg, 210-223 u. 249-256;

- [17] *Stock, K.-W., Meiners, A.*, 1973: Spezial-Handbuch für die Drageeherstellung, Silesia-Essenzenfabrik Gerhard Hanke K.G., Düsseldorf, 425-431;
- [18] *Fritz, D.*, 1995: Chewing gum technology, Ed.: Jackson, E. B.: Sugar Confectionery Manufacture, 259-286;
- [19] *Treser, E.; Rager, A.*, 1999: „Blasenbildung“ im TG-FTIR-System oder was hat Kaugummi damit zu tun?, GIT Labor-Fachzeitschrift, Nr. 9, 916-920;
- [20] *Lees, R.*, 1997: Chewing gum manufacture, Confectionery Production, July, 10-12;
- [21] *Enachchescu-Dauty, M.D.*, 1991: Gum bases and chewing gums – part 1 – gum bases; part 2 – chewing gums, ZDS, Solingen;
- [22] *Cherukuri, S.R.; Orlandi, D.A.; Faust, S.M.; Zamudio-Tena, F.*, 1990: Sugarless, substantially anhydrous chewing gum compositions and methods for preparing same, US Patent, Nr. 4 961 935;
- [23] *Cherukuri, S.R.; Faust, S.M.; Orlandi, D.A.; Zamudio-Tena, F.*, 1994: Use of a racemic mixture of alpha-D-glucopyranosyl-1-6-mannitol and alpha-D-glucopyranosyl-1-6-sorbitol in a sugarless low-moisture absorbing chewing gum composition, EP 0 328 849 B1;
- [24] *Thieme, E.*, 1978: Lagereigenschaften verbessert, Süßwaren 7, 44-58;
- [25] *Gonze, M.*, 2000: Something to chew, International Food Ingredients, No. 5, 50-52;
- [26] *Cherukuri, S.R.; Wong, L.L.; Orlandi, D.A.; Faust, S.M.*, 1993: Use of maltitol in chewing gum compositions for improved physical stability, EP 0 325 090 B1;
- [27] *Schneider, H.; Speiser, P.*, 1967: Beitrag zur Zuckerdragierung, Pharma Acta Helv., 394-410;
- [28] *Bianco, M.L.*, 1993: Panned pieces, Manufacturing Confectioner, November, 77-79;
- [29] *Strub, R.T.*, 1987: Hard panning, Manufacturing Confectioner, November, 51-54;
- [30] *Kitt, J.S.*, 1988: Panning problems – Causes and remedies, Manufacturing Confectioner, October, 57-62;
- [31] *Isganitis, D.K.*, 1992: Continuous panning – Fact or Myth?, Manufacturing Confectioner, May; 65-70;
- [32] *Kacena, R.*, 1997: Hard coat panning, Manufacturing Confectioner, October, 41-45;

- [33] *Isganitis, D.*, 1993: A review of the panning process and its techniques, *Manufacturing Confectioner*, November; 51-58;
- [34] *Strub, R.T.*, 1987: Film coating technology, *Manufacturing Confectioner*, November, 55-58;
- [35] *Meyer, T.*, 1996: Vorrichtung zur Durchführung eines Filmlackier- und/oder Zuckerdragiervfahrens, D/OS 44 45 618 A1;
- [36] *Palatinit Süßungsmittel GmbH Mannheim (Hrsg.)*, 1995: Infopac Isomalt, Mannheim;
- [37] *Jackson, E.B.*, 1995: Sugar confectionery manufacture, 2. Aufl., Blackie Academic & Professional, Great Britain, Cambridge;
- [38] *Boutin, R.F.*, 1992: Sugarless panning procedures and techniques, *Manufacturing Confectioner*, May, 77-82;
- [39] *Cronewitz, Th.*, 1978: Über die Eigenschaft der Saccharose beim Dragieren und Komprimieren (I) und (II); ZSW, Bd. 31, H. 10, 406-413 und H. 12, 442-447;
- [40] *Isganitis, D.K.*, 1988: Polishing: A review of processes and techniques, *Manufacturing Confectioner*, October; 75-78;
- [41] *Edwards, B.*, 1998: Developments in sugar panning, *Sugar Confect.*, August, 29-31;
- [42] *Frompovich, C.J.*, 1983: Wax and Shellac: Possible Food Pollution Hazards, *Clinical Ecology*, Vol. III, No. 2, 102–105;
- [43] *Flaig, E.*, 1983: Ein- oder Zweistoffsprühen, eine Alternative im Filmcoating, *Acta Pharmaceutica Technologica*, 29 (1), 51-61;
- [44] *Fricke, H.*, 1982: Trocknungstechnik beim Dragieren – Eine vergleichende Beurteilung verschiedener Systeme in konventionellen Dragierkesseln, *Pharm. Ind.*, 44, Nr. 10, 1088–1093;
- [45] *Sattler, K.*, 1988: Thermische Trennverfahren: Grundlagen, Auslegung, Apparate, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, Kap. 5 und 7;
- [46] *Hartel, R.W.*, 1995: Crystallization and Drying during hard panning, *Manufacturing Confectioner*, February 1995, 51–57;
- [47] *Neumann, W.*, 1988: Kristallfußarbeit in der Zuckerfabrik Uelzen, *Zuckerind.* 113, 657-663;
- [48] *Moldenhauer, H.; Hünerbein, B.; Kala, H.*, 1971: Möglichkeiten und Probleme bei der Automatisierung der Drageeherstellung, *Pharmazie*, Nr. 26; 675-681;
- [49] *Bohne, L.; Paul, M.*, 1978: Technologie des Film-Coatings – Vergleichende Studie an zwei Systemen, *Pharm. Ind.*, 40, 1366-1371;

- [50] *Preis, W.; Demmer, F.; Groppenbacher, G.; Heinemann, H.*, 1985: PIK AS – zur wirtschaftlichen Herstellung von Filmtabletten, Pharm. Ind., 47, 73-76;
- [51] *Lenkeit, D.; Hüttlin, H.; Koller, R.; Contini, S.*, 1977: Zuckerdragierung und Filmcoating mit dem „Tauchschwert-Verfahren“, Pharm. Ind., 39, 902-910;
- [52] *Cole, G.C.; May, G.; Neale, P.J.; Oliver, M.C.; Ridgway, K.*, 1983: The design and performance of an instrumentation system for aqueous film coating in an industrial tablet coating machine, Drug. Dev. and Ind. Pharm., 9, 909-914;
- [53] *Matter, U.E.; Hüttlin, H.; Lenkeit, D.; Pickard, J.F.; Continit, S.*, 1973: Entwicklung einer neuen Dragierttechnologie, Pharm. Ind., 35, Nr. 11a, 815-816;
- [54] *Message, S.R.*, 1987: Towards automated tablet film coating, Manuf. Chem., 58, 85-87;
- [55] *Yokama, D.A.; Campbell, R.J.*, 1984: Modeling of a film coating system for computer automation, Pharm. Technol., 8, 38-44;
- [56] *Preis, W.; Demmer, F.; Groppenbacher, G.; Demmer, F.*, 1980: Trocknungstechnische Betrachtung zur Tauchrohrdragierung, Pharm. Ind., 42, 297-301;
- [57] *Demmer, F.; Groppenbacher, G.; Preis, W.*, 1980: Die Tauchrohrtechnik in der Produktion, Pharm. Ind., 42, 301-305;
- [58] *Fabry, Y.*, 1970: Die automatische Dragéerherstellung, Kakao + Zucker, Nr. 11, 581-583;
- [59] *Courtin, A.; Briner, F.*, 1970: Verfahren zur produkt-gesteuerten Dragierung, Pharma-Technik, Nr. 2, 90-91;
- [60] *Geipel-Kern, A.*, 1998: „Rationell zum letzten Schliff“, Chemie Produktion, Dezember, 34-37;
- [61] *Kraft, N.*, 1995: Definierter Zustand, Chemie Technik, 24. Jahrgang, Nr. 8, 62-63;
- [62] *Dunajtschik, R.*, 1972: Automatsches DRIAM – Sprühverfahren, Gordian, Nr. 1, 19-22;
- [63] *Keck, Dr. H.*, 1996: Hochwertige Dragees sind Ergebnis der Produktion, ZSW, Nr. 8, 366-368;
- [64] *Bastian, Dr. R.*, 1999: Dragees produzieren in großem Maßstab, ZSW, H. 1-2, 29-31;
- [65] *Zipfel, W.; Rathke, K.-D.*, 1996: Lebensmittelrecht, C. H. Beck'sche Verlagsbuchhandlung, München, (Loseblatt);

- [66] *Krochta, J.M.*, 1994: Edible coatings and films to improve food quality, Technomic Publ., Lancaster;
- [67] *Kuhnert, P.*, 1995: Zusatzstoffe für Kaugummi, *Gordian*, 10, 167;
- [68] *Fabry, I.*, 1999: Confection – confidential, *Confection*, August, 11;
- [69] *Palatinit Süßungsmittel GmbH/Keme Food Engineering, CH, Buckenmeyer, A.*; 1994: Coating with Isomalt, Part I & Part II, internal report;
- [70] *Huzinec, R.J.; Graff, A.H.*, 1988: Coating for chewing gums containing gum arabic and a soluble calcium salt, US Patent, No. 4,786,511, November;
- [71] *Barret Dixo Bell Ltd (Hrsg.)*, 1995: Tapioka-Dextrine zum Dragieren, *Süßwaren* 4, 20-23;
- [72] *Kent, E.*, 1999: Xanthan – New application, the world of ingredients, July/August, 46;
- [73] *Clark, R.; Lockwood, B.*, 1997: Formulating stable suspensions using microbial polysaccharides, *Speciality Chemicals*, 17/4, 127-130;
- [74] *Sharrock, J.*, 1991: Food emulsifiers – their use in sugar confectionery, chocolate and vegetable coatings, and ice cream, *Confectionary Production*, February, 136-140;
- [75] *Glandorf, K.K.; Kuhnert, P.; Lück, E.*, 1997: Handbuch Lebensmittelzusatzstoffe, Behr's Verlag, Hamburg;
- [76] *von Rymon Lipinski, G.-W.; Schiweck, H.*, 1991: Handbuch Süßungsmittel – Eigenschaften und Anwendung, Auflage 1991, Behr's Verlag, Hamburg;
- [77] *Sträter, P.J.*, 1988: Palatinit® (Isomalt), an energy reduced bulk sweetener derived from saccharose, Ed.: Birch, G.G.; Lindley, M.G.: Low-calorie products, Elsevier applied science, London, New York, 63-82;
- [78] *Bollinger, H.*, 1987: Palatinit® (Isomalt) – ein kalorienreduzierter Zuckeraustauschstoff – Technologische und physiologische Eigenschaften, Teil 1 *Gordian* 5, 92-95;
- [79] *Bollinger, H.*, 1987: Palatinit® (Isomalt) – ein kalorienreduzierter Zuckeraustauschstoff – Technologische und physiologische Eigenschaften, Teil 2 *Gordian* 6, 111-114;
- [80] *Lindner, H.J.; Lichtenthaler, F.W.*, 1981: Extended Zigzag Conformation of 1-Q-D- α glucopyranosyl-D-mannitol, *Carbohydr. Res.* 93, 135-140;

- [81] *Van der Poel, P.W.; Schiweck, H., Schwartz, T.*, 1998: Sugar Technology – Beet and Cane Sugar Manufacture,
Dr. Albert Bartens Verlag, Berlin, 70-83, 649-684;
- [82] *Smythe, B.*, 1971: Sucrose crystal growth,
Sugar Techn. Rev. 1, 191-231;
- [83] *Honig, P.*, 1959: Principles of sugar technology,
Vol. II, Hetherlands;
- [84] *Hartel, R.W., Shastry, A.V.*, 1991: Sugar Crystallization in Food Products,
CRC Reviews of Food Science and Nutrition, 30 (1), 49-112;
- [85] *Hartel, R.W.*, 1993: Controlling Sugar Crystallisation,
Food Technol., 47 (11), 99 ff.;
- [86] *Shastry, A.V.*, 1994: Sucrose Crystallization in Thin Films of Sucrose Solution During Drying,
Dissertation, Universität von Wisconsin, Madison;
- [87] *Lichtenthaler, F.W.*, 1982: Disaccharidalkohole – Molekulare Geometrie und mögliche Beziehungen zwischen Struktur und Süßkraft,
Dtsch. Zahnärztl. Zeitschr. 35;
- [88] *Niederauer, Dr. Th.*, 1996: Nicht nur Saccharose süßt,
ZSW, H. 11, 512-515;
- [89] *Le Bot, Y.*, 1993: Stable sugarless coating,
Food Technology International Europe, 67-70;
- [90] *Devos, F.; Le Bot, Y.*, 1980: Coating with Sorbitol – a comparison of some properties of Sorbitol, Mannitol, other Polyols and Sucrose,
American Association Technologists, Gallaway Gardens, Georgia, 1-37;
- [91] *Le Bot, Y.*, 1999: New findings for sugarless hard and soft coating,
Roquette Frères, ZDS Solingen Skript;
- [92] *Rapp, K.M.; Willibald-Ettle, I.*, 1997: Zuckerfreie, dragierte Produkte,
WO 97/08958, PCT/EP96/03740;
- [93] *Fritzsching, B.*, 2000: Isomalt – zuckerfreie Dragees,
PNZ-50, Einführung in die Herstellungstechnologie von Dragees,
Palatinit Süßungsmittel GmbH, Mannheim;
- [94] *Rosenplenter, K.*, 1994: Sorbit zuckerfreies Dragieren,
Cerestar Deutschland, Krefeld-Linn;
- [95] *Boursier, B.*, 1989: Produit de confiserie ou pharmaceutique à revêtement sans sucre obtenu par dragéification dure et son procédé de préparation,
EP 0 201 412 B1;
- [96] *Serpelloni, M; Ribadeau-Dumas, G.*, 1996: Process of sugarless hard coating and products obtained therefrom,
US Patent Nr. 5,571,547;

- [97] *Ribadeau-Dumas, G.; Bouvier, F.*, 1999: Sugarless coated confectioneries – process optimisation and quality improvement with the new LYCOAT® technique, FIE – Low Calorie Confectionery – Manufacturing Session, France, 1-20;
- [98] *Roquette*, 1999: Lycoat hard coating technique, The world of ingredients, October, 59;
- [99] *Reed, M.A.; Ulesses, P.*, 1993: Dual composition hard coated gum with improved shelf life, WO 93/18663, PCT/US93/02787;
- [100] *Reed, M.A.; Richey, L.C.; Hook, J.S.; Schnell, G.*, 1994: Hard coated chewing gum with improved shelf life, with xylitol and polyol coating, US Patent Nr. 5,376,389;
- [101] *Reed, M.A.; Richey, L.C.; Hook, J.S.; Yatka, R.J.; Tyrpin, H.T.; Broderick, K.B.; Meyers, M.A.*, 1997: Polyol coated chewing gum having improved shelf life and method of making, US Patent Nr. 5,665,406;
- [102] *Barkalow, D.G.; Red, M.A.; Zuehlke, J.W.; Greenberg, M.J.; Yilmazer, G.; McGrew, G.N.; Yatka, R.J.*, 1998: Coated chewing gum products and methods of manufacturing same, US Patent Nr. 5,716,652;
- [103] *Reed, M.A.; Hook, J.*, 1993: Hard coated gum with improved shelf life, WO 93/18662, PCT/US/93/02154;
- [104] *Reed, M.A.; Patel, M.M.; Kures, V.J.*, 1988: Improved hard coated sugarless chewing gum, WO 88/08671, PCT/US88/01374;
- [105] *Schmitt, A.*, 2000: Die Partikelform, Süßwaren, 9/2000, 36-38;
- [106] *Bürger, R.; Wendland, W.L.*, 2001: Sedimentation and suspension flows: Historical perspective and some recent developments, Journal of Engineering Mathematics, 41, 101-116;
- [107] *Brezesinski, G.; Mögel, H.-J.*, 1993: Grenzflächen und Kolloide, Spektrum Akademischer Verlag GmbH Heidelberg Berlin Oxford;
- [108] *ISO 13320-1*, 1999: Particle size analysis – Laser diffraction methods – Part 1: General principles, International Organisation for Standardization, Schweiz;
- [109] *Leschonski, K.* 1980: Messung von Partikel und Porengrößenverteilung sowie von spezifischen Oberflächen, Ullmanns Encykl. Tech. Chem.; Vol. 5, 4. Aufl., VCH, Weinheim, 743-746;
- [110] *Vogel, H.*, 1999: Gerthsen Physik, 20. Aufl., Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, 100;
- [111] *Tscheuschner, H.-D.*, 1996: Grundzüge der Lebensmitteltechnik, 2. Aufl., Behr's Verlag, Hamburg;

- [112] *Weipert, D.; Tschuschner, H.-D.; Windhab, E.*, 1993: Rheologie der Lebensmittel, Behrs Verlag, Hamburg;
- [113] *Schramm, G.*, 1995: Einführung in Rheologie und Rheometrie, Gebrüder HAAKE GmbH, Karlsruhe;
- [114] *DIN 10 950*, 1973: Grundbegriffe der Sensorik – Begriffe, Beuth Verlag GmbH, Berlin;
- [115] *Fliedner, I.; Wilhelmi, F.*, 1993: Grundlagen und Prüfverfahren der Lebensmittelsensorik, Behr's Verlag, Hamburg;
- [116] *DIN 10 952*, Teil 1, 1978: Bewertende Prüfung mit Skale - Prüfverfahren, Beuth Verlag GmbH, Berlin;
- [117] *DIN 10 952*, Teil 2, 1983: Bewertende Prüfung mit Skale – Erstellen von Prüfskale und Bewertungsschemata, Beuth Verlag GmbH, Berlin;
- [118] *Vickers, Z.M., Wassermann, S.S.*, 1982: Sensory qualities of food sounds based on individual perceptions, J. Texture Studies, 10, 319;
- [119] *Vickers, Z.M.*, 1979: Crispness and crunchiness of foods, Ed.: Sherman, P., Food Texture and Rheology, Academic Press, London;
- [120] *Vickers, Z.M.*, 1981: Relationships of chewing sounds to judgments of crispness, crunchiness and hardness, J. Food Science, 47, 121-124;
- [121] *Smewing, J.; Winopal, R.*, 1998: TA-XT2 application study – chewing gum tablets (Dragees), Stable Micro Systems Ltd., Surrey;
- [122] *Vickers, Z.M.*, 1984: Crispness and crunchiness – a difference in pitch?, J. Texture Studies, 15, 157-163;
- [123] *Barrow, G.M.*, 1984: Physikalische Chemie, Bohmann Verlag, Wien;
- [124] *Myers, D.*, 1999: Surfaces, interfaces, and colloids – principles and applications, 2. Aufl., Wiley-VCH, New York;
- [125] *Lechner, H.*, 1999: Die Kontaktwinkelmessung: Ein Verfahren zur Bestimmung der freien Grenzflächenenergie von Festkörpern, Seminarskript, KRÜSS GmbH SÜD;
- [126] *Adamson, A.W.*, 1976: Physical Chemistry of Surface, 3. Aufl., John Wiley a. Sons, New York;
- [127] *Hiemenz, P.C.*, 1986: Principles of Colloid a. Surface Chemistry, 2. Aufl., Marcel Dekker, New York;
- [128] *Belitz, H.-D., Grosch, W.*, 1992: Lehrbuch der Lebensmittelchemie, 4. Aufl., Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg;

- [129] Täufel, A.; Ternes, W.; Tunger, L.; Zobel, M., 1993: Lebensmittellexikon, 3. Aufl., Behr's Verlag, Hamburg;
- [130] *Formulation*, 1996: Turbiscan - Instructions of Use, Company booklet, Ramonville-St-Agne Toulouse, France;
- [131] *HORIBA, Ltd.*, 1998: LA-300 Operation – Instruction Manual, Bedienungsanleitung, Japan, I-19 - I-24;
- [132] *Schott-Geräte*, : Gebrauchsanleitung – Ubbelohde-Viskosimeter, Schott-Geräte GmbH;
- [133] *Ilberg, W.*, 1967: Physikalisches Praktikum, B. G. Teubner Verlagsgesellschaft, Leipzig, 113-116;
- [134] *Maier, K.; Hochgeschurz, H.-P.; Bruhns, J.*, 2002: Zuckerwirtschaft Europa – 2002, Verl. Dr. Albert Bartens, Berlin, 48;
- [135] *Data Physics Instruments GmbH*, 1999: Betriebsanleitung OCA, Bedienungsanleitung, Filderstadt;
- [136] *Hemminger, W.F.; Cammenga, H.K.*, 1989: Methoden der thermischen Analyse, Springer-Verlag, Berlin;
- [137] *Weast, R.C.*, 1980 : Handbook of Chemistry and Physics, CRC Press Inc. Boca Raton, Florida, 45;
- [138] *Gronbach, H.*, 1998: Einsatz einer automatischen Dragieranlage zur Herstellung Zuckerfreier Kaugummidragees mit dem Zuckeraustauschstoff Isomalt, Diplomarbeit, Fachhochschule Fulda;
- [139] *DRIAM*, 1997: Betriebsanleitung, DRIAM-Metallprodukt GmbH & Co. KG, Eriskirch;
- [140] *Wemper, T.*, 2000: Technische Statistik und statistische Versuchplanung, Version 7.1, Arbeitsskript;
- [141] *Kristott, J.U.; Jones, S.A.*, 1992: Physical properties of polyols, polydextrose and their solutions, Scientific & Technical Survey No. 173, Leatherhead Food RA;
- [142] *Schmidt, T.*, 2000: Viskositäts- und Oberflächenspannungsverhalten von reinen und technischen Saccharoselösungen, Dissertation, TU Berlin;
- [143] *Cartier, P.A.*, 1992: Optimizing sugar coating using response surface methodology, Manufacturing Confectioner, May, 71-76;

12 Anlagen

12.1 Anlagen: Abbildungen

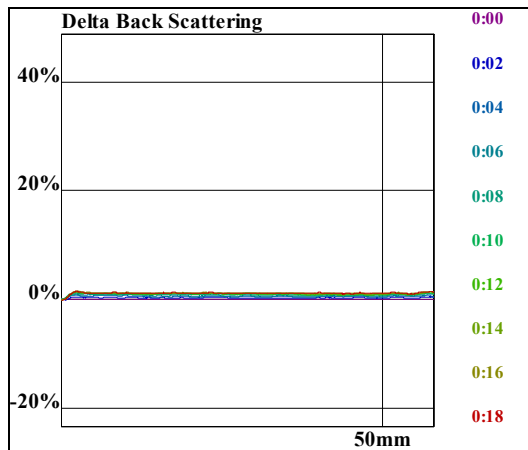


Abb. 12- 1: Rückstreuung - Isomalt GS-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{Probe} = 0 \text{ min}$ (S. 65)

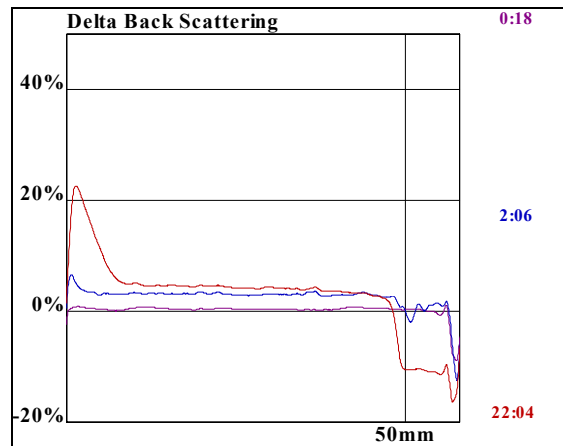


Abb. 12-2: Rückstreuung - Isomalt GS-Suspension, FS = 10 %, T = 40 °C, $t_{Probe} = 210 \text{ min}$, nach 22 h (S. 65)

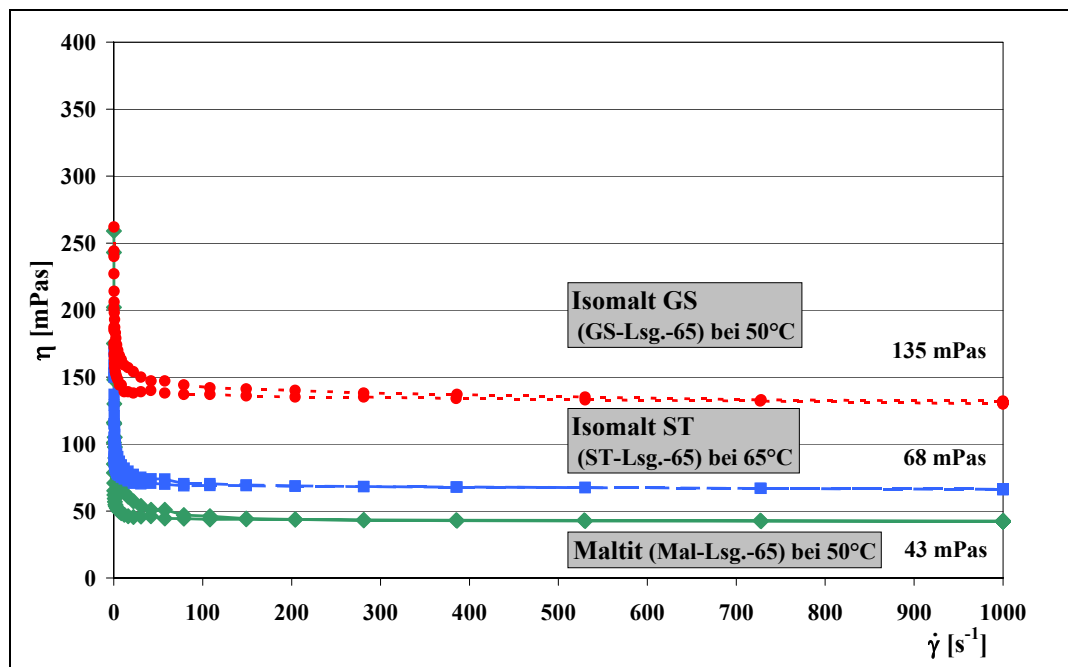


Abb. 12-3: Rheogramme von 65 %igen Lösungen (Isomalt GS, Isomalt ST und Maltit, S. 74)

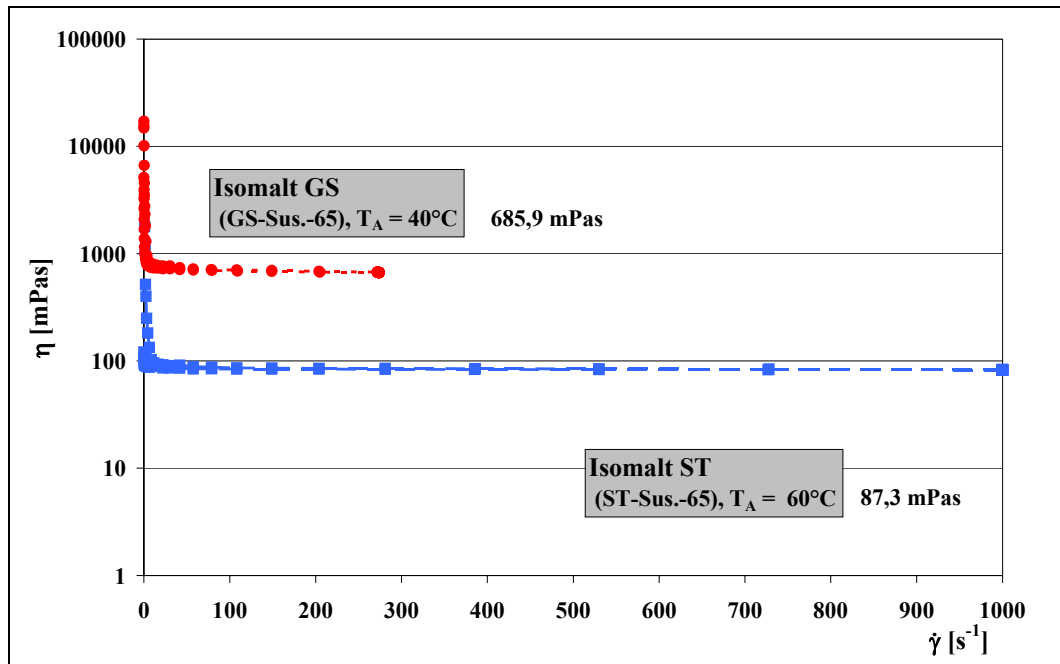


Abb. 12-4: Rheogramme von 65 %igen Suspensionen (Isomalt GS und Isomalt ST, S. 74)

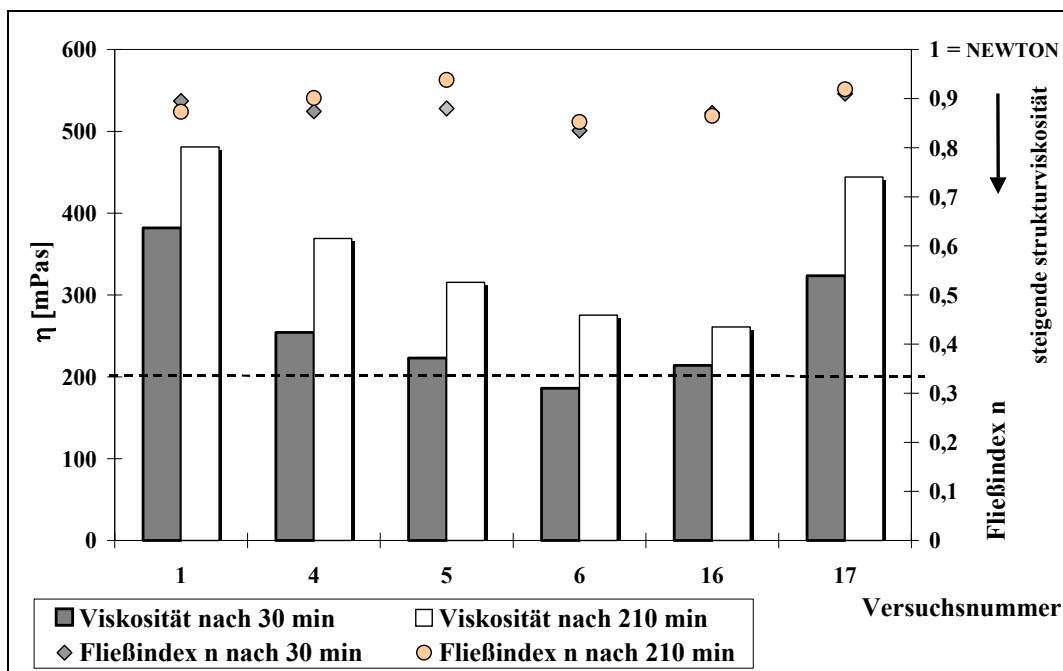


Abb. 12-5: Zeitabhängige Gleichgewichtsviskosität $\eta_\infty > 250 \text{ mPas}$ und Fließindex n von Isomalt ST-Suspensionen mit unterschiedlichen Zusätzen bei 55°C (S. 76)

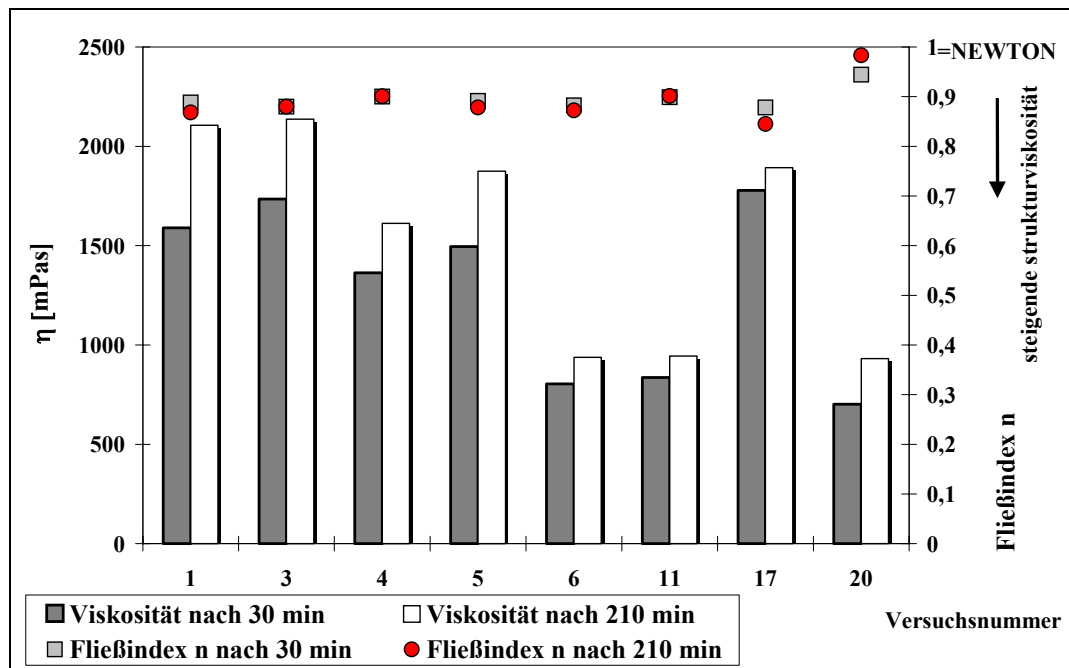


Abb. 12-6: Zeitabhängige Gleichgewichtviskosität $\eta_{\infty} > 250$ mPas und Fließindex n von Isomalt GS-Suspensionen mit unterschiedlichen Zusätzen bei 40 °C (S. 76)

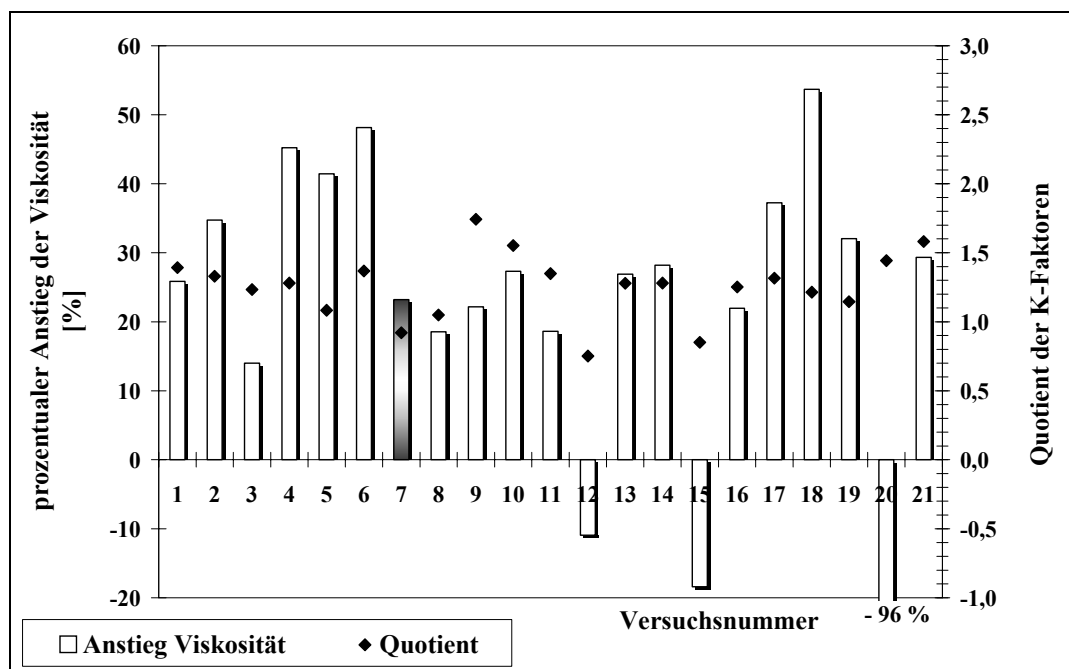


Abb. 12-7: Prozentuale Viskositätsänderung und Entwicklung des K-Faktors von Isomalt ST-Suspensionen innerhalb 210 min Lagerung (S. 77)

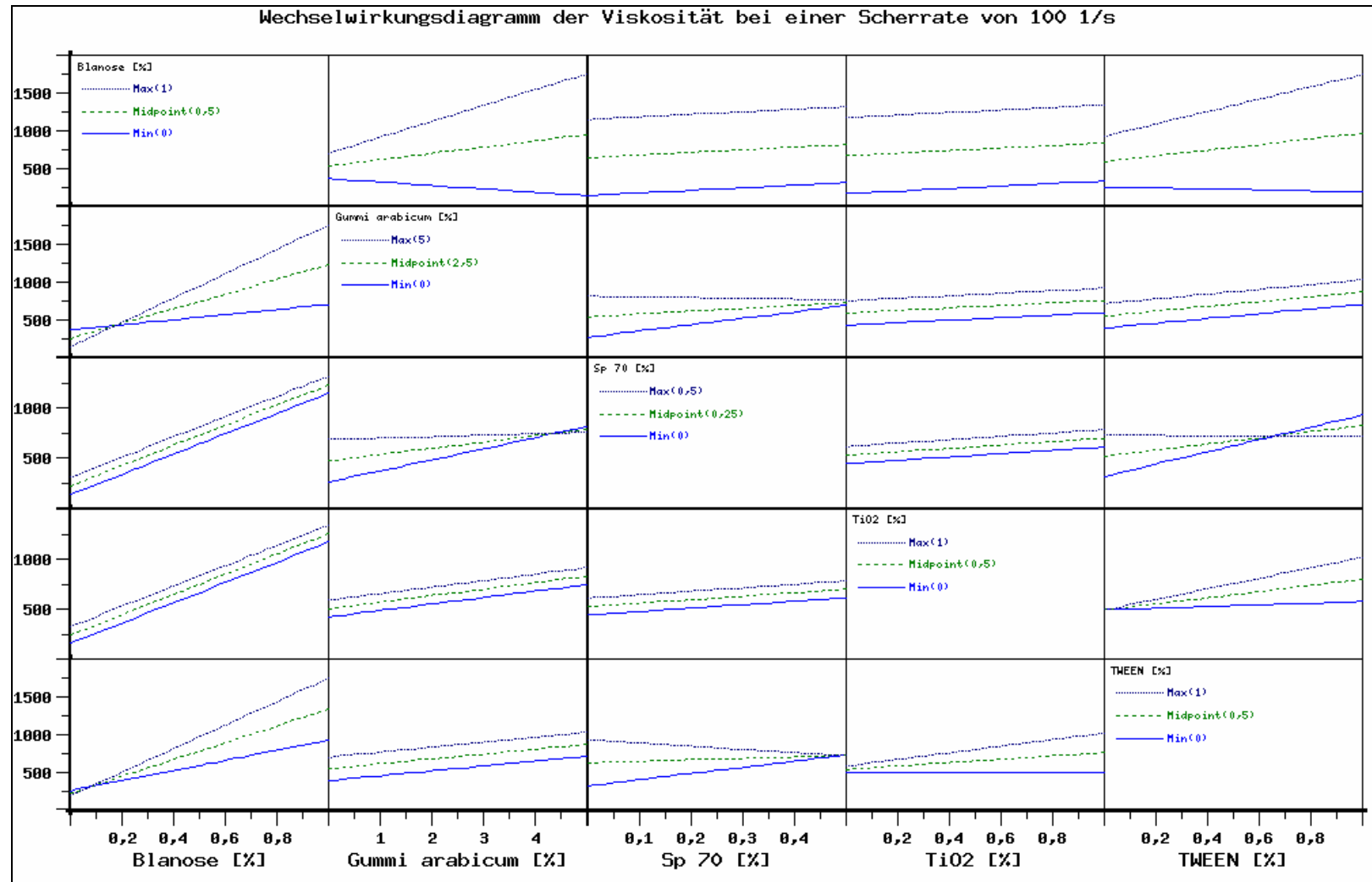


Abb. 12-8: Interaktionsgraph der Gleichgewichtsviskosität η_{∞} von Isomalt GS-Suspensionen bei 40 °C (S. 77, 78)

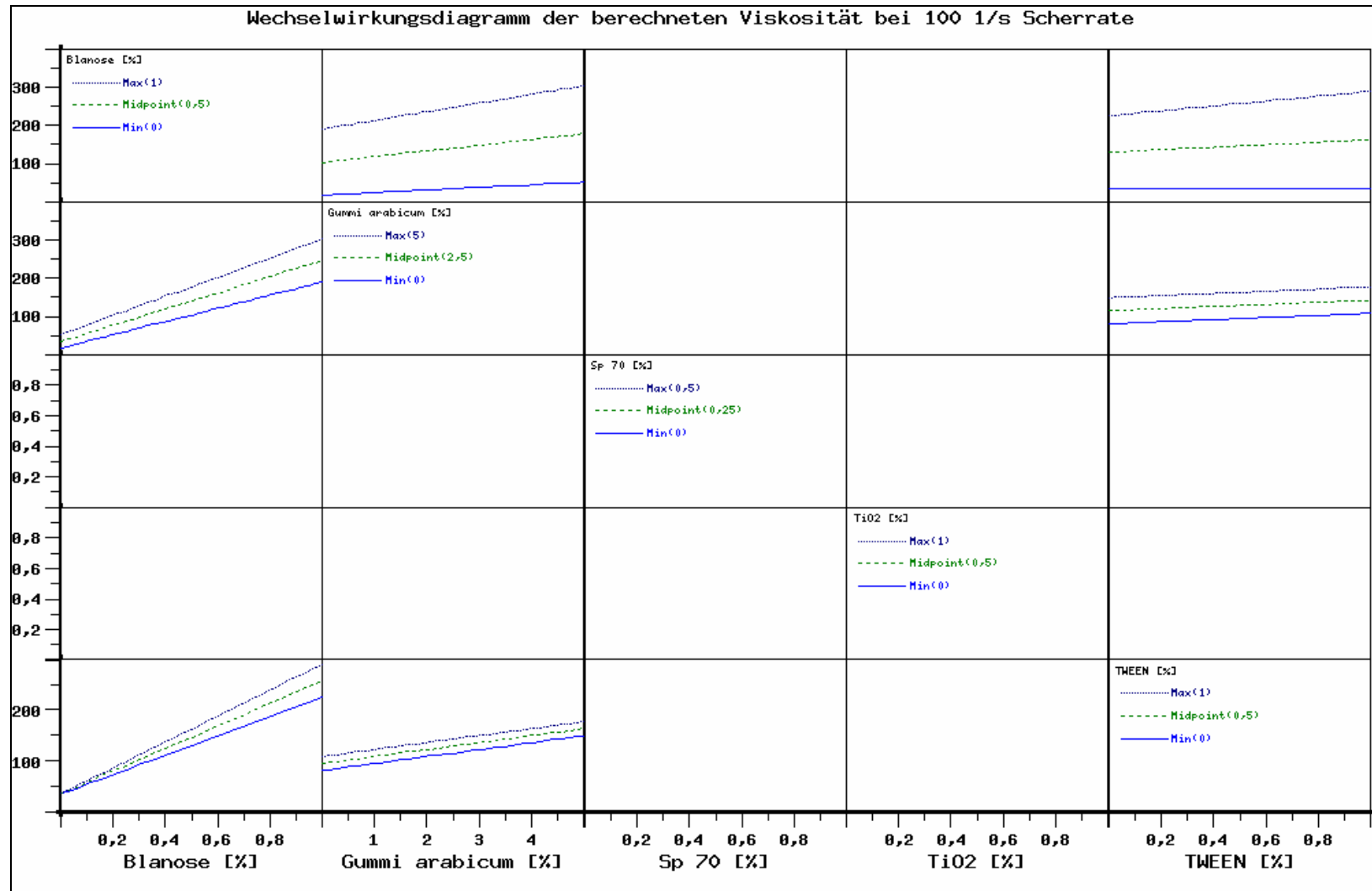


Abb. 12-9: Interaktionsgraph der Gleichgewichtsviskosität η_{∞} von Isomalt ST-Suspensionen bei 55 °C (S. 77, 78)

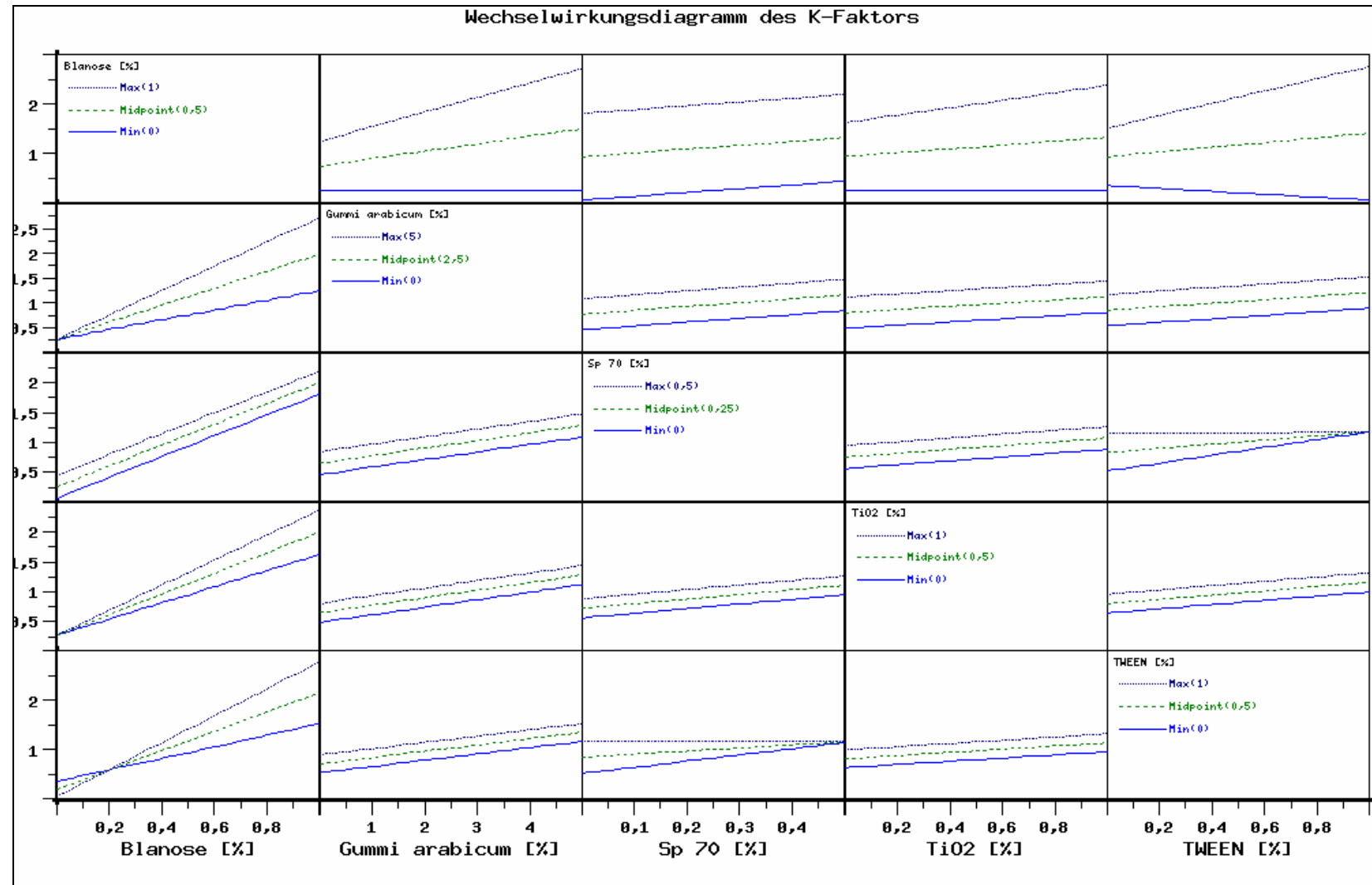


Abb. 12-10: Interaktionsgraph des K-Wertes von Isomalt GS-Suspensionen bei 40 °C (S. 78)

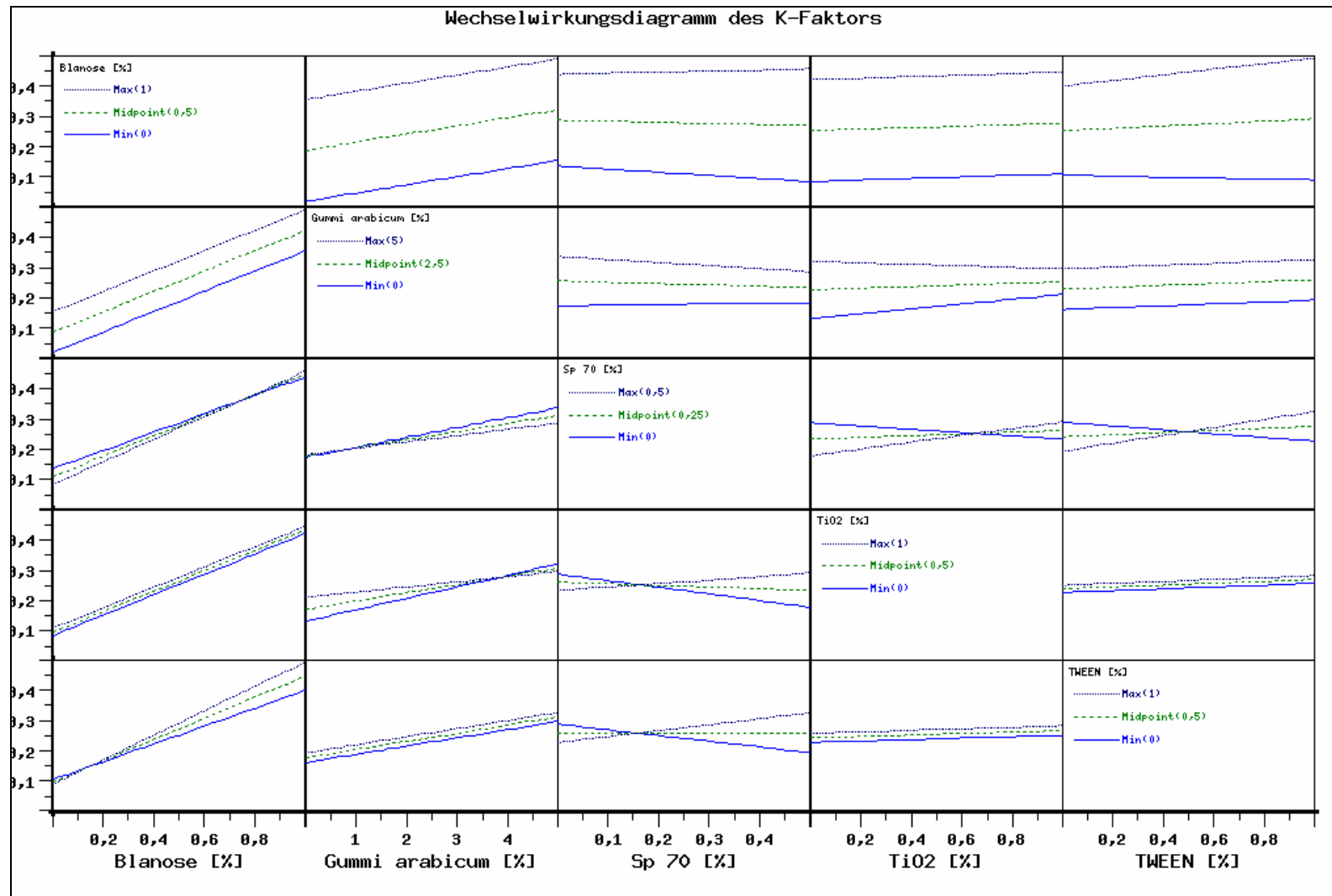


Abb. 12-11: Interaktionsgraph des K-Wertes von Isomalt ST-Suspensionen bei 55 °C (S. 78)

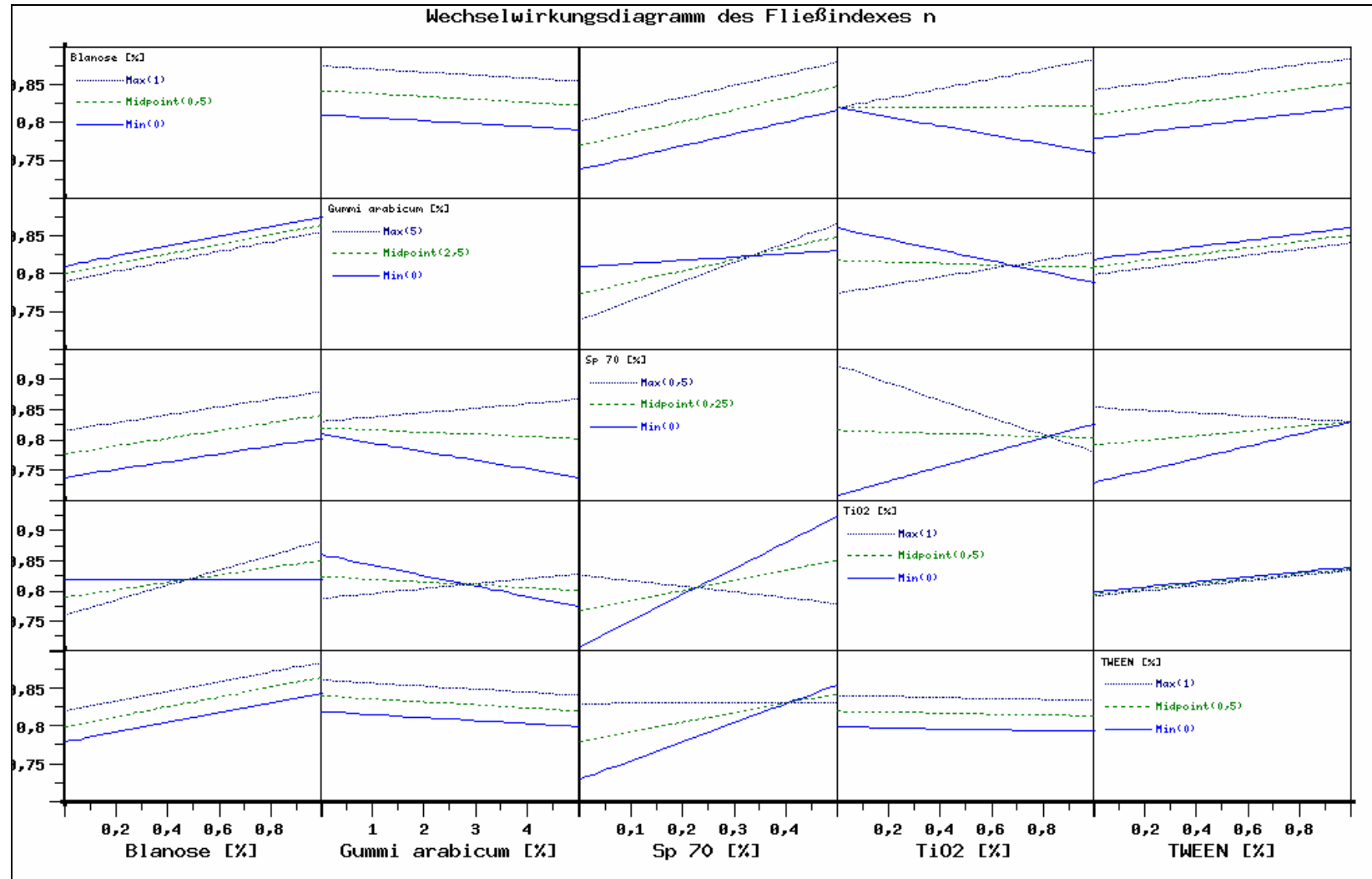


Abb. 12-12: Interaktionsgraph des Fließindex n von Isomalt ST-Suspensionen bei 55 °C (S. 78)

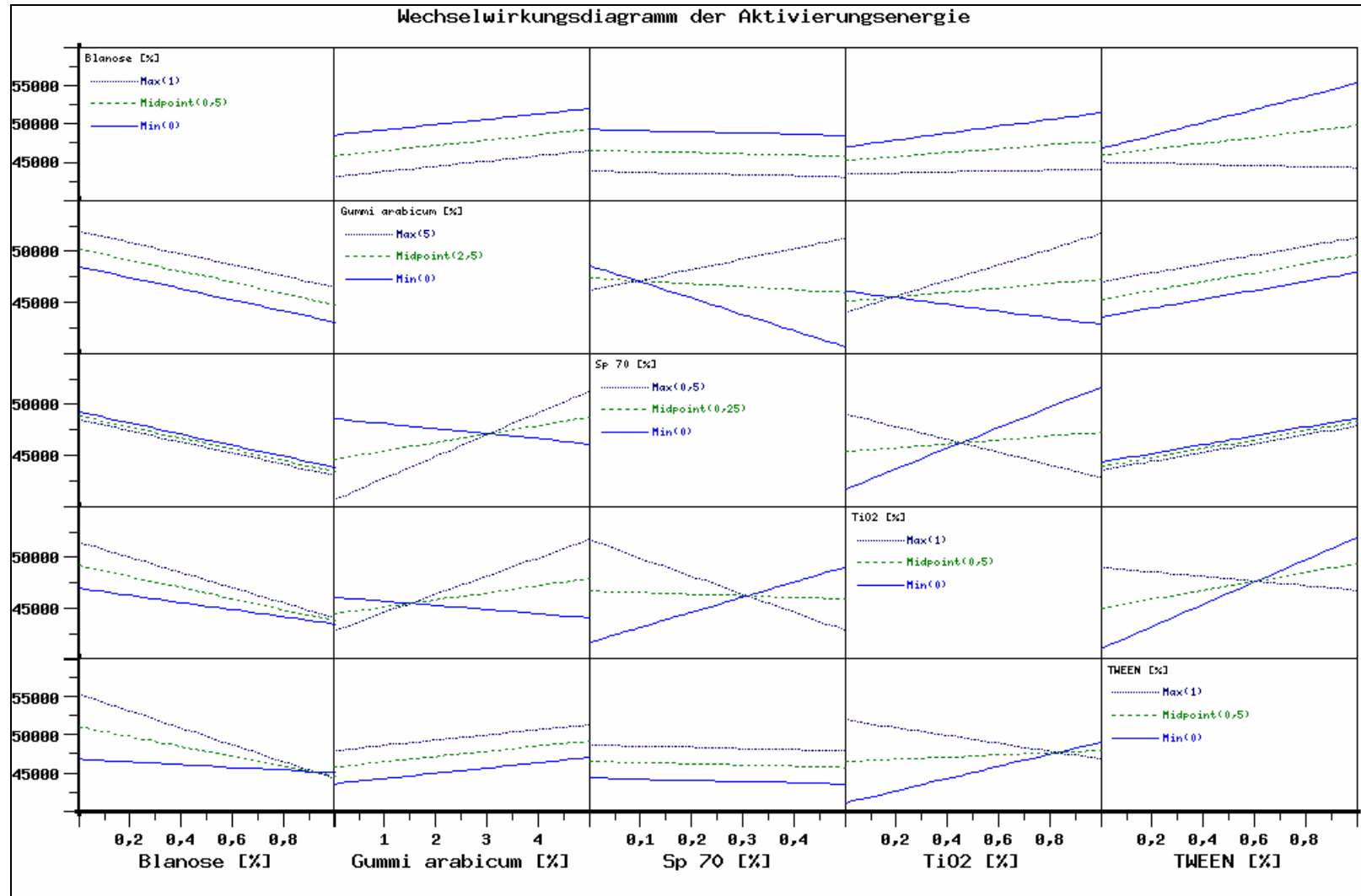


Abb. 12-13: Interaktionsgraph der Fließaktivierungsenergie von Isomalt ST-Suspensionen bei 55 °C (S. 78)

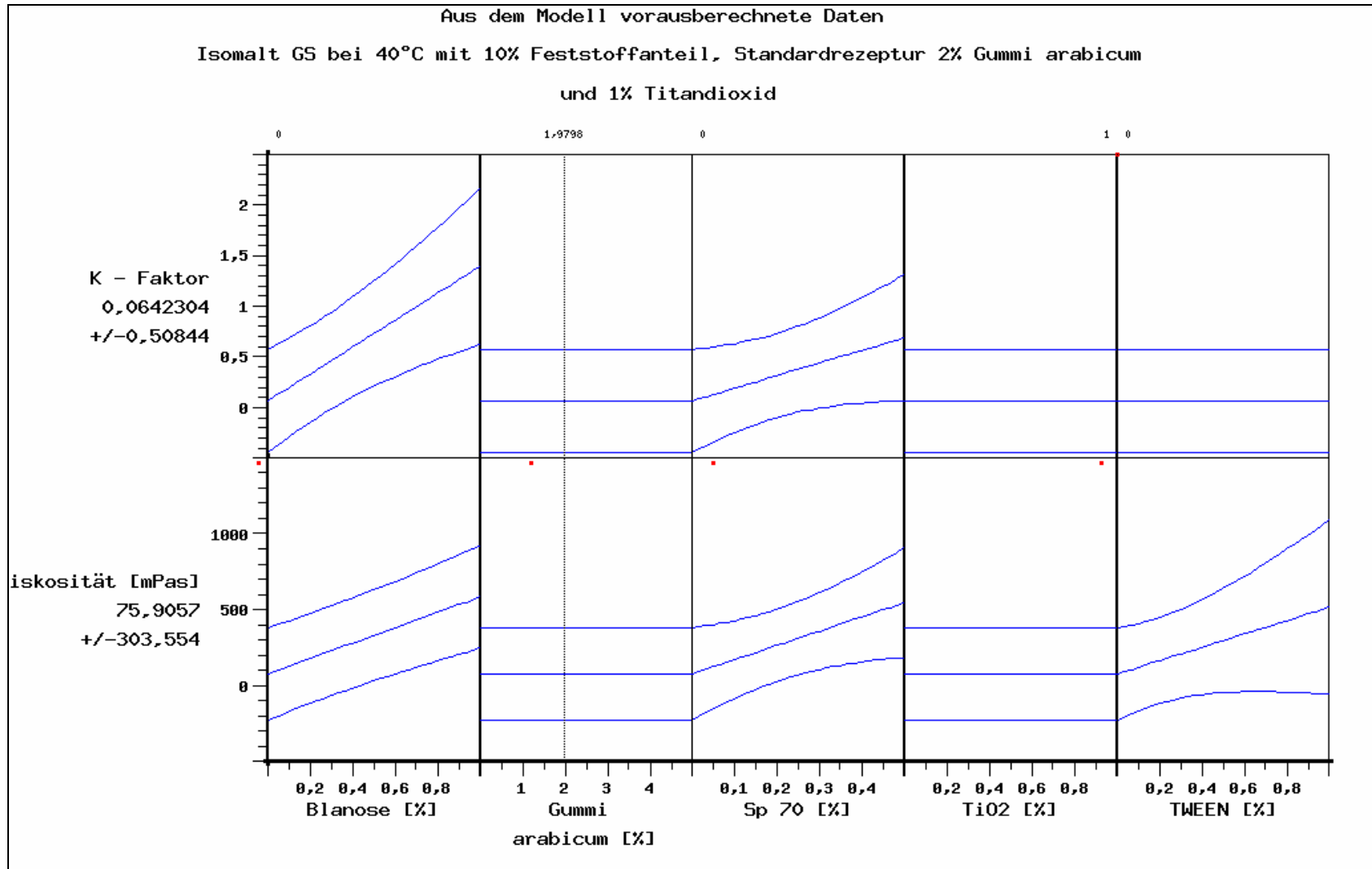


Abb. 12-14: Predicted Response Graph für Isomalt GS-Suspension bei 40 °C mit 2% a und 1% TiO₂ (S. 78)

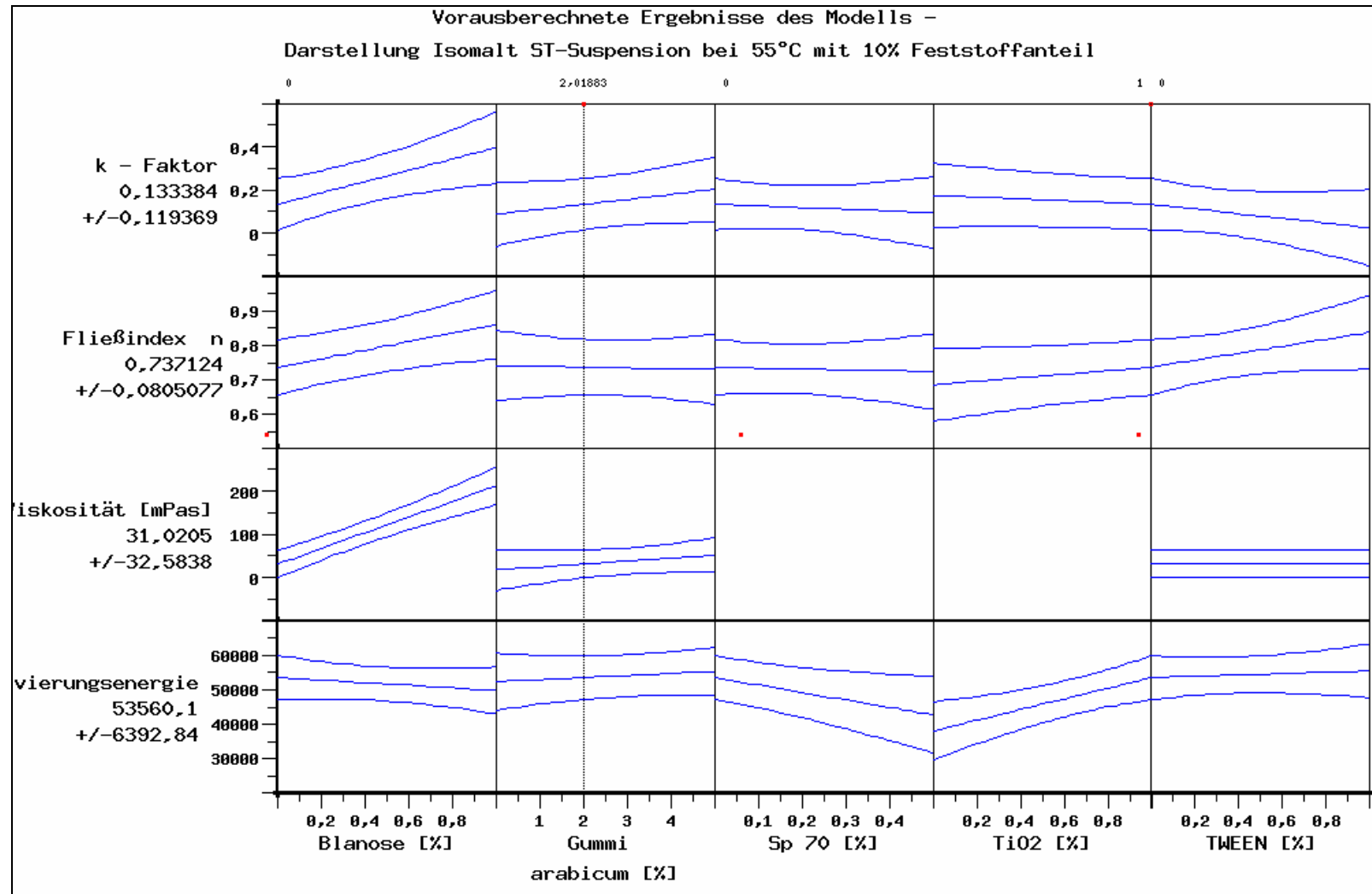


Abb. 12-15: Predicted Response Graph für Isomalt ST-Suspension bei 55 °C mit 2% Ga und 1% TiO₂ (S. 78)

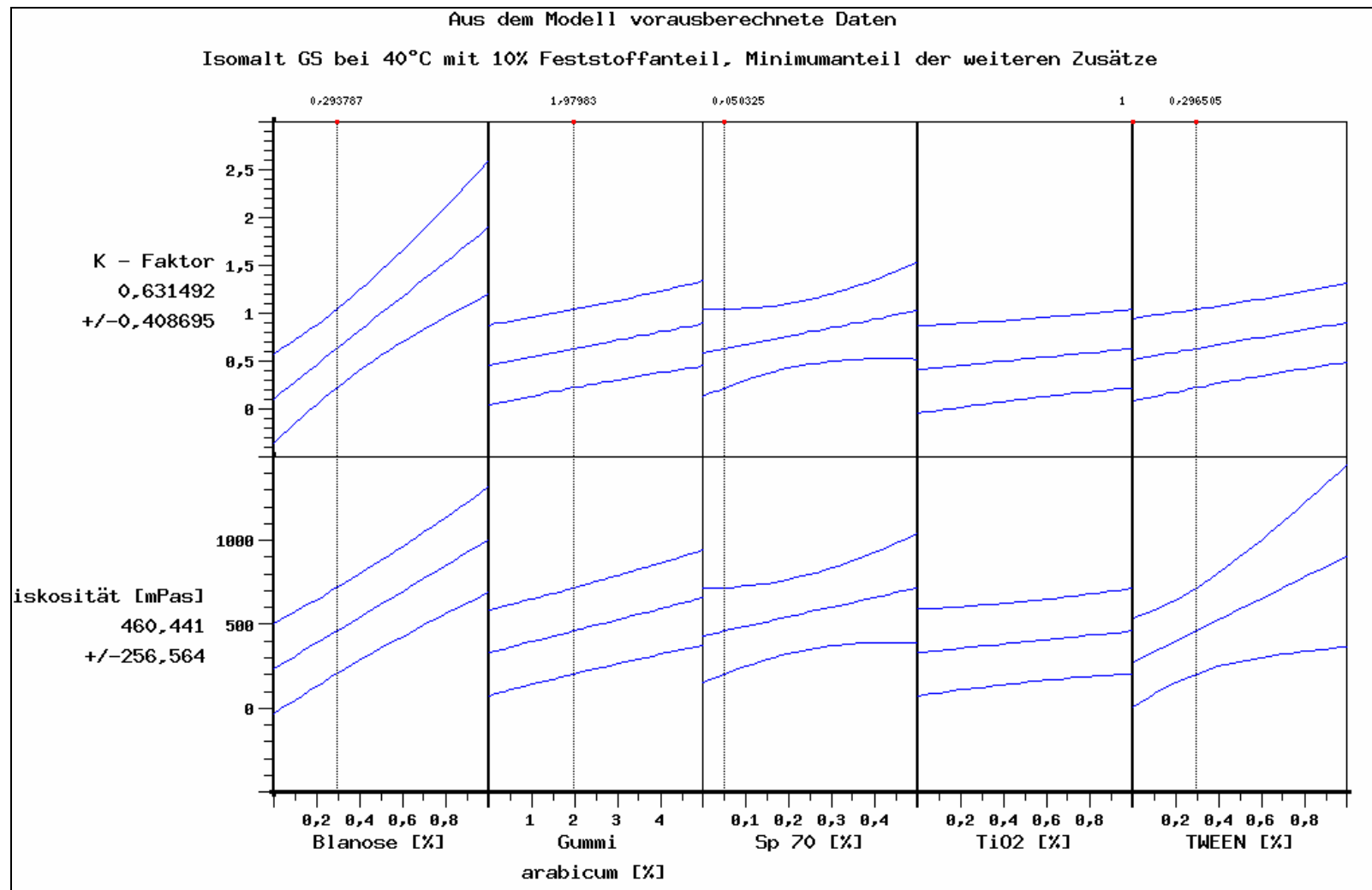


Abb. 12-16: Predicted Response Graph für Isomalt GS-Suspension bei 40 °C mit 2 % Ga, 1 % TiO₂, 0,3 % CMC, 0,05 % 70 Sp 70, 0,3 % TW 60 (S. 78)

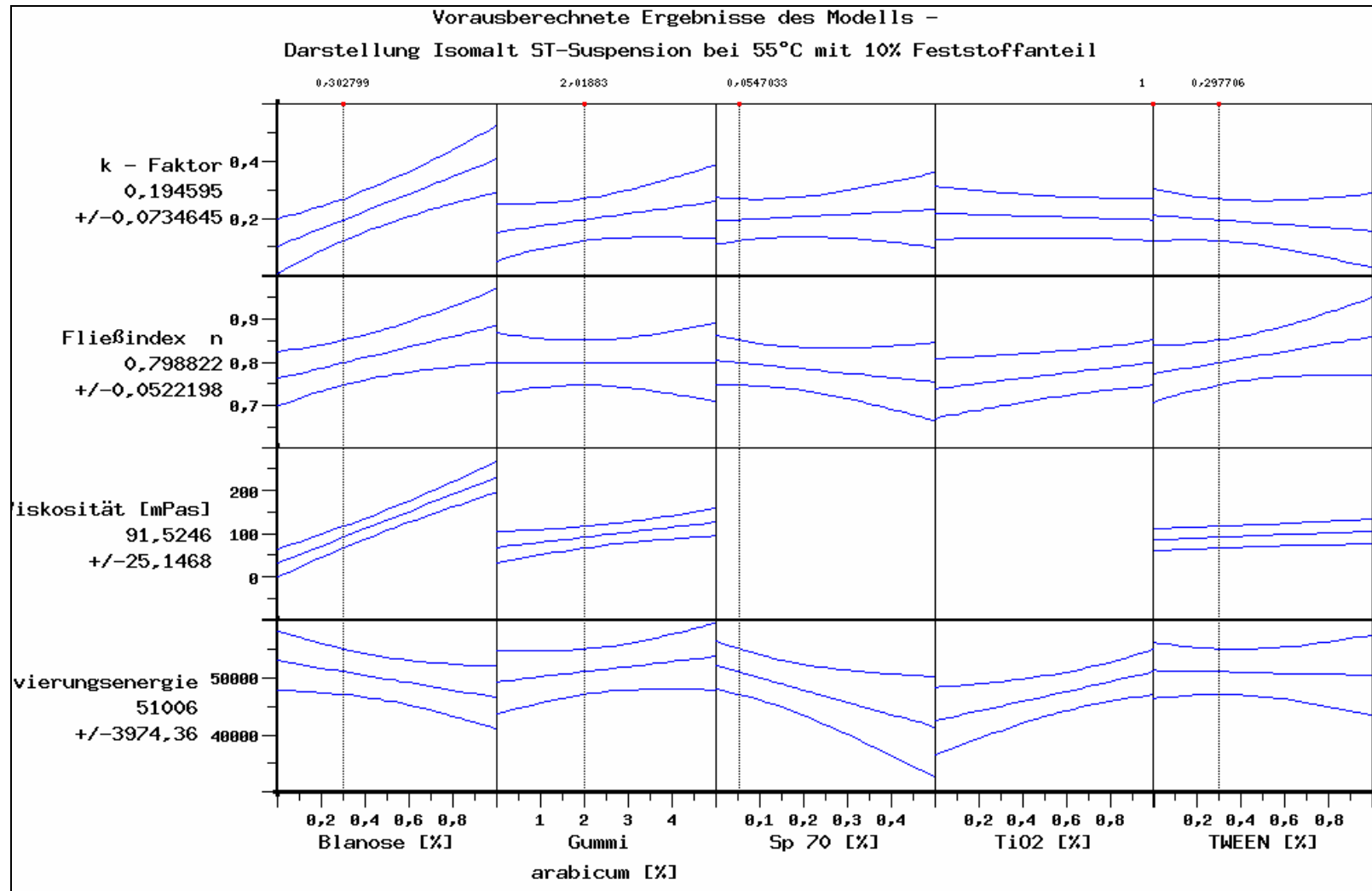


Abb. 12-17: Predicted Response Graph für Isomalt ST-Suspension bei 55 °C mit 2 % Ga, 1 % TiO₂, 0,3 % CMC, 0,05 % Sp 70 und 0,3 % TW 60 (S. 78)

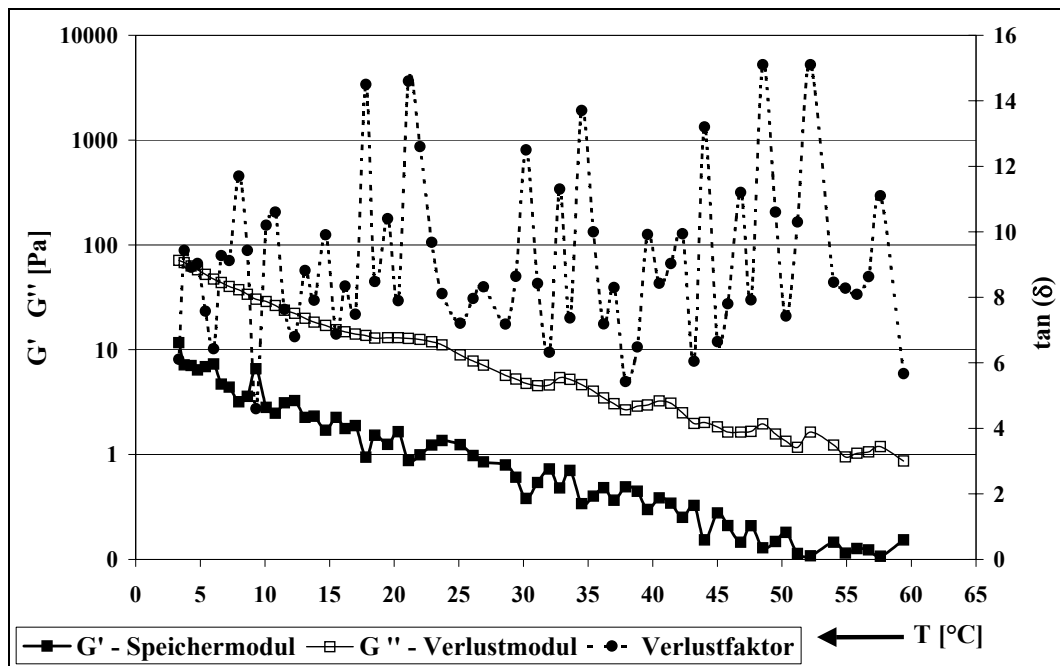


Abb. 12-18: Mikrorheologische Untersuchung einer 70 %igen Maltitlösung (S. 81, 82)

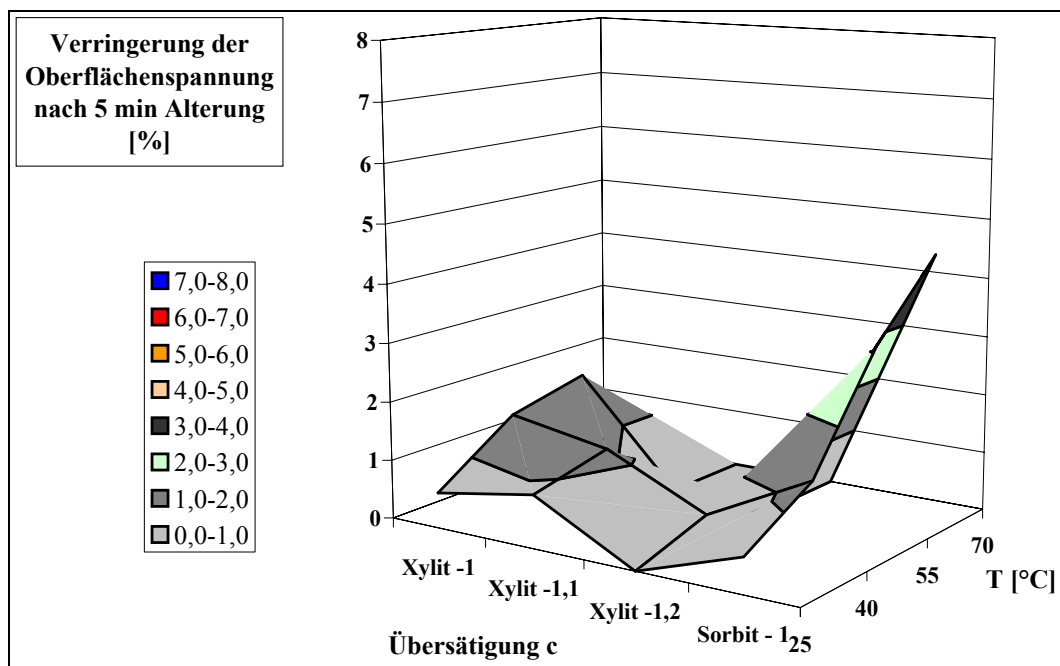


Abb. 12-19: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Xylitlösungen und -suspensionen sowie Sorbitlösungen (S. 92)

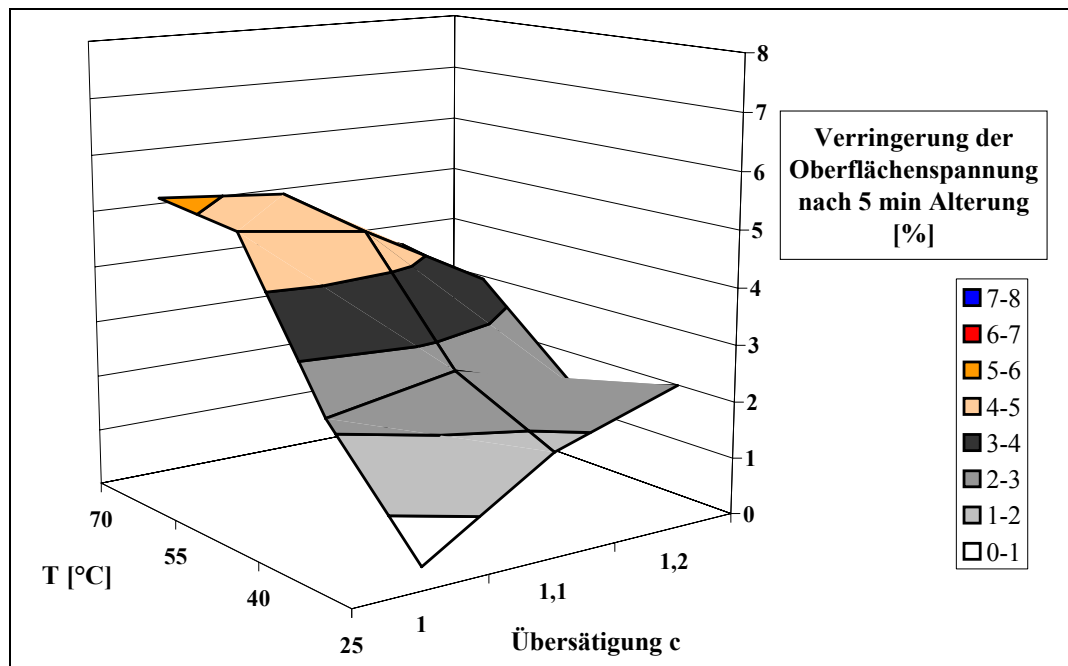


Abb. 12-20: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Saccharoselösungen und -suspensionen (S. 92)

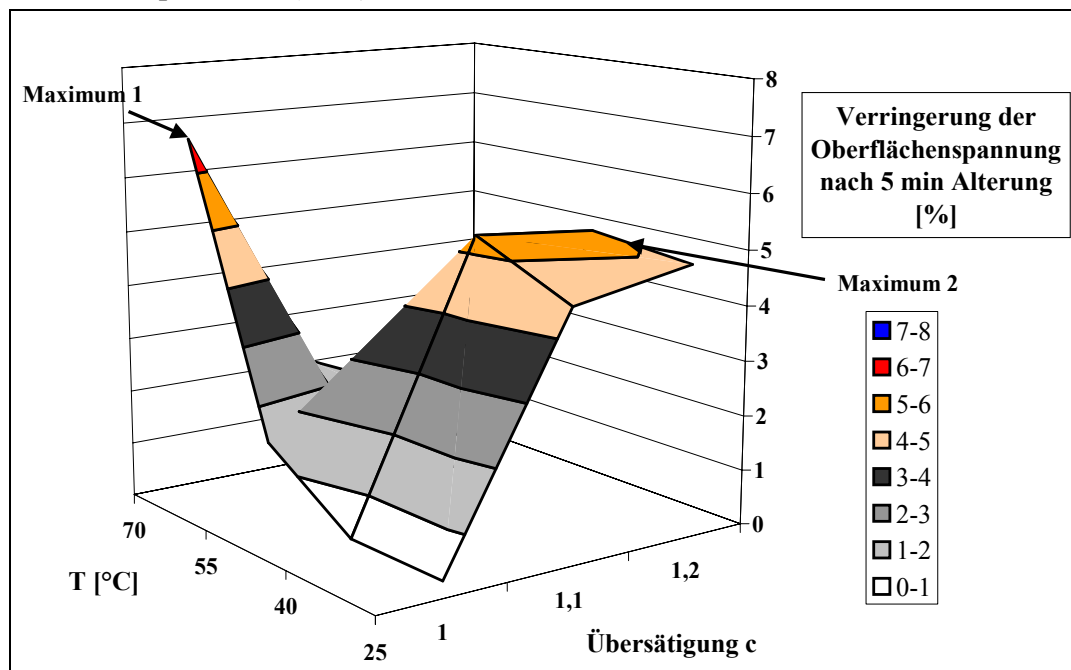


Abb. 12-21: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung reiner Isomalt GM-Lösungen und -Suspensionen (S. 93)

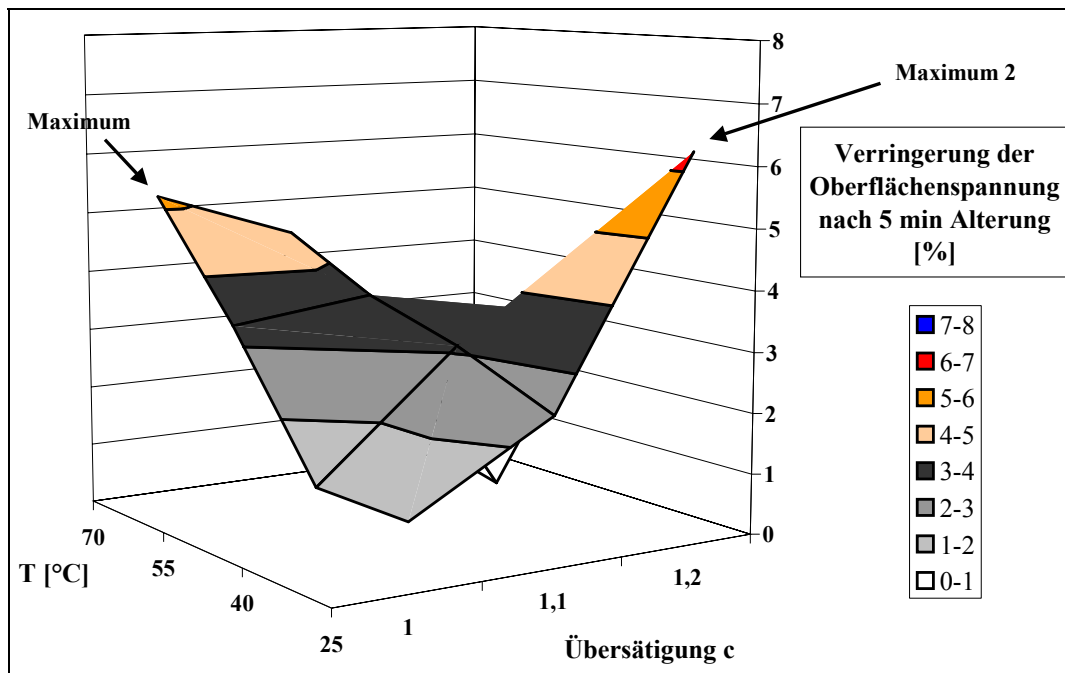


Abb. 12-22: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Maltitlösungen und -suspensionen (S. 93)

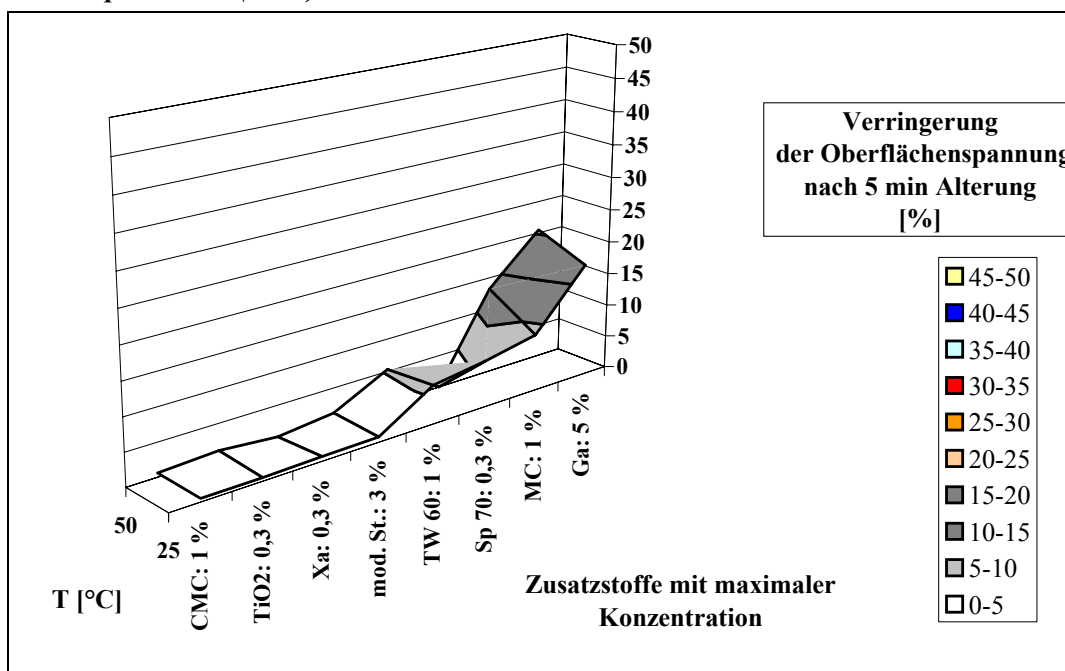


Abb. 12-23: Prozentuale Verringerung der Oberflächenspannung von Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen (FS = 10 %), maximale Konzentration (S. 95)

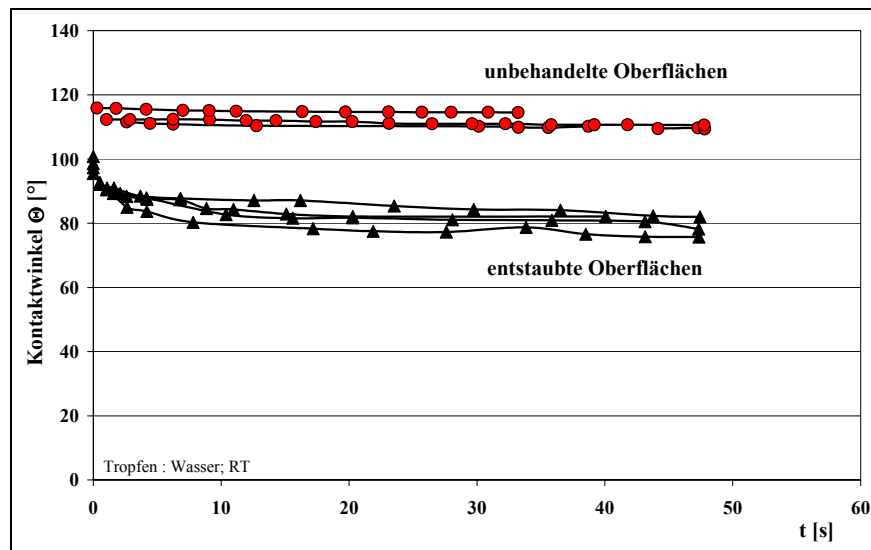


Abb. 12-24: Kontaktwinkel bei $t = 0$ s und Tropfenausspreitung innerhalb 60 s auf unterschiedlich behandelten Kernoberflächen – Kerntyp KII (K_{flach} , S. 99)

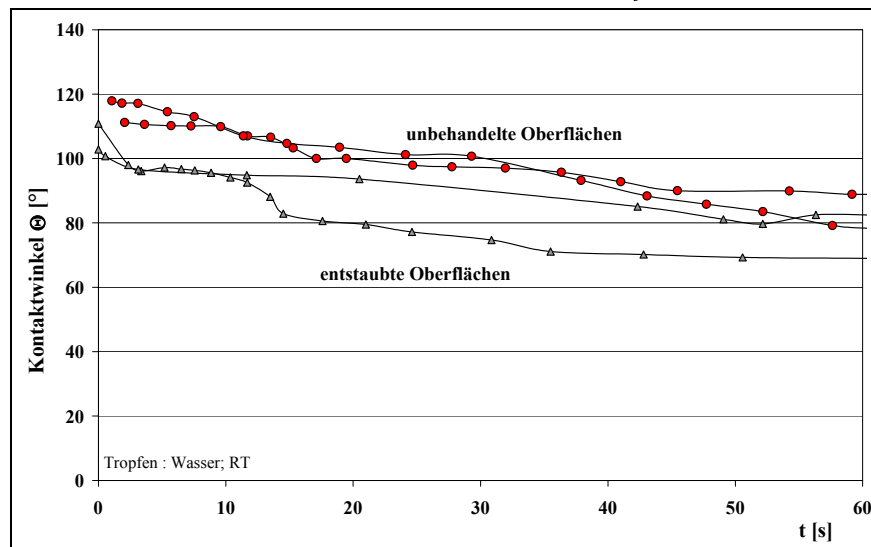


Abb. 12-25: Kontaktwinkel bei $t = 0$ s und Tropfenausspreitung innerhalb 60 s auf unterschiedlich behandelten Kernoberflächen – Kerntyp KIV (S. 99)

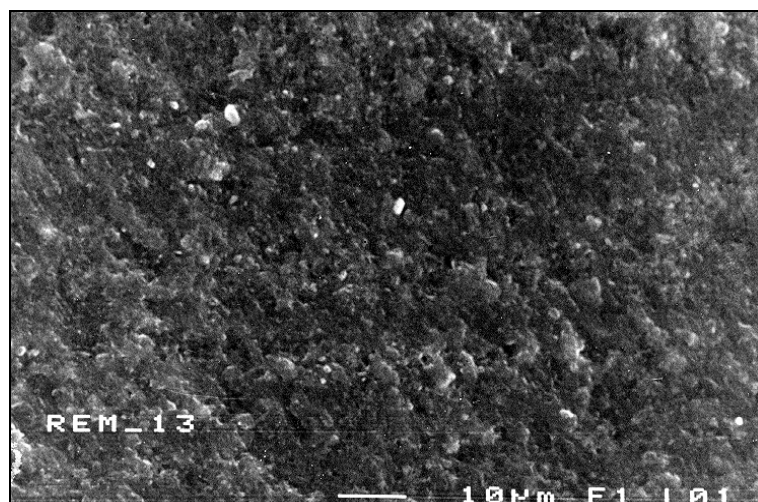


Abb. 12-26: REM-Aufnahme - Isomalt GS-Dragee mit K_{Pellet} (S. 109)

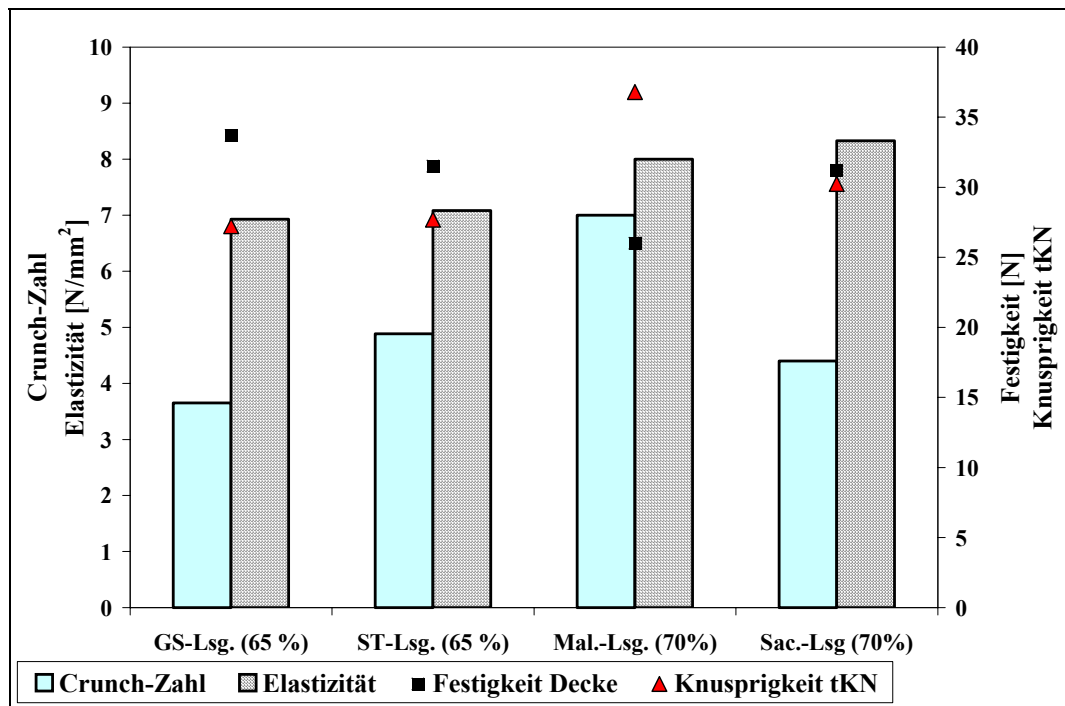


Abb. 12-27: Ergebnisse der instrumentellen Texturbewertung von unterschiedlichen Polyoldra gees hergestellt aus Lösungen (K_{elliptisch}, S. 114)

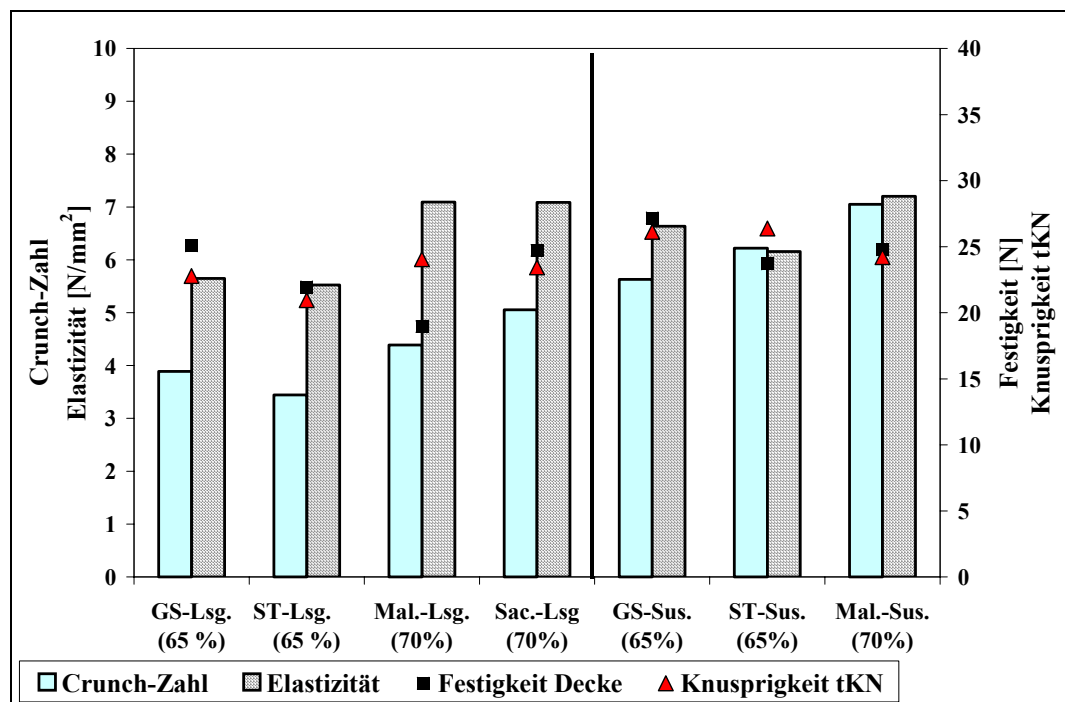


Abb. 12- 28: Ergebnisse der instrumentellen Texturbewertung von Polyoldragees hergestellt aus Lösung oder Suspension (K_{flach}, S. 114, 116)

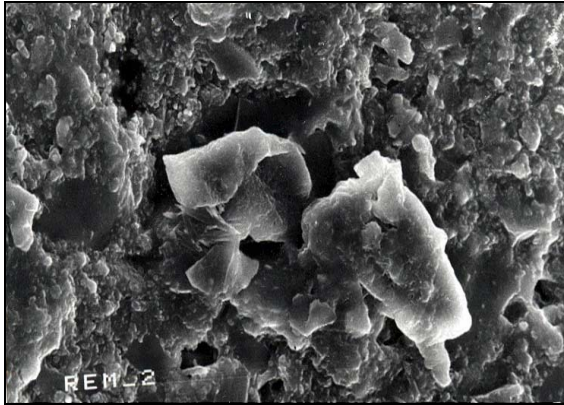


Abb. 12-29: Deckenstruktur - Isomalt ST, Suspensionsdragierung (K_{flach} , x1000fach, S. 115)

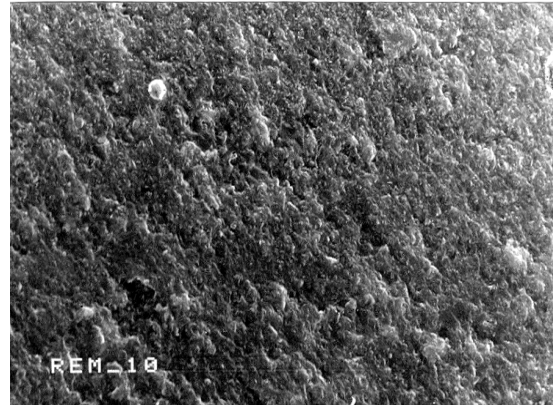


Abb. 12-31: Deckenstruktur – Isomalt ST-Dragee aus Lösungsdragierung ($K_{\text{elliptisch}}$, x1000fach, S. 116)

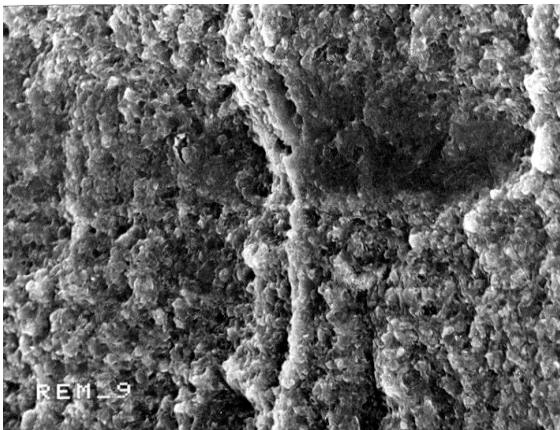


Abb. 12-30: Deckenstruktur – Isomalt GS-Dragee aus Lösungsdragierung ($K_{\text{elliptisch}}$, x1000fach, S. 109, 116)

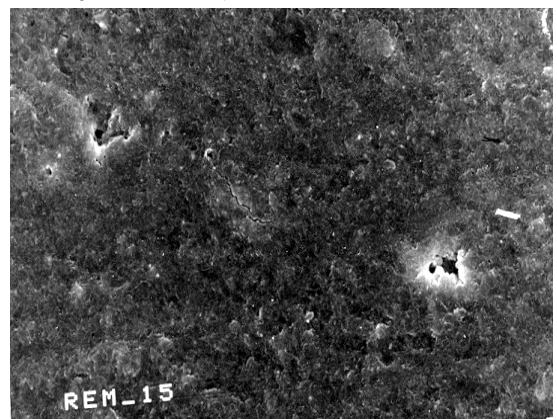


Abb. 12-32: Deckenstruktur - Handelsprodukt aus Isomalt GS, Lösungsdragierung (x 1000fach, S. 116)

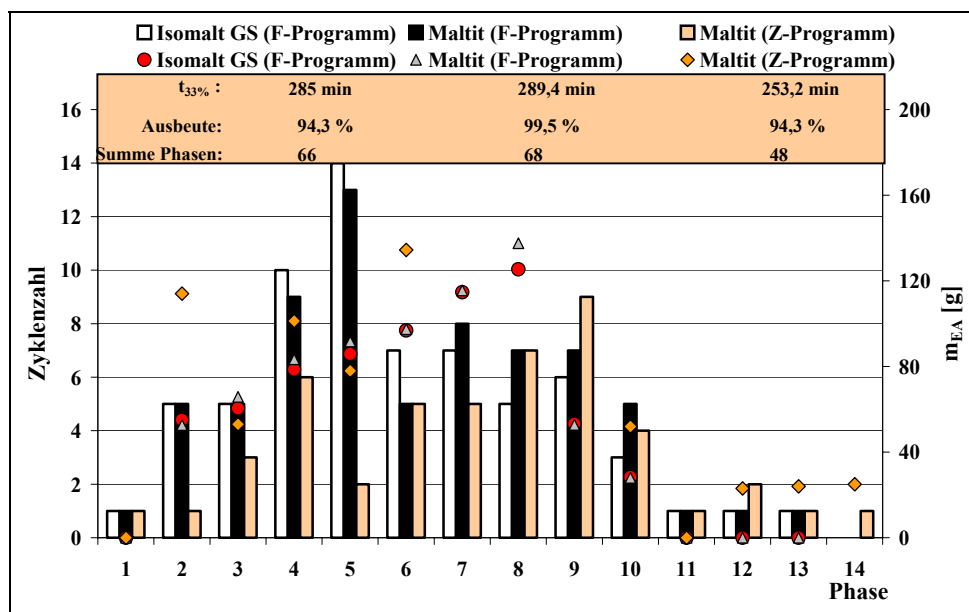


Abb. 12-33: Maltit-Drageeprogramme nach dem F- und Z-Programm (S. 118)

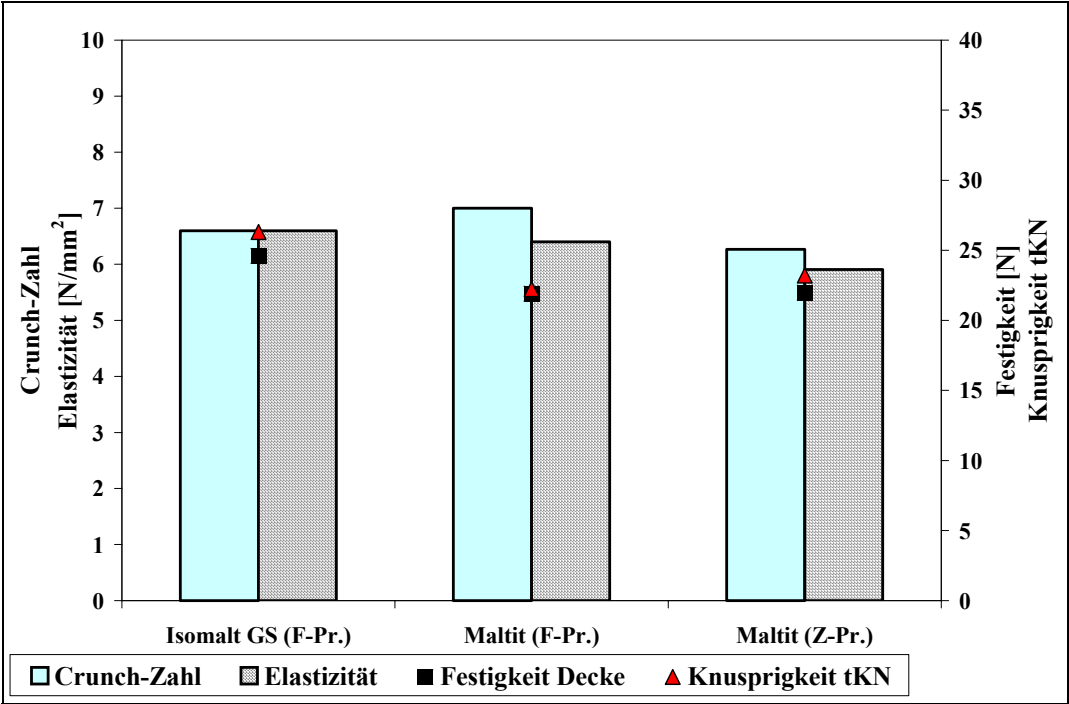


Abb. 12-34: Instrumentelle Qualitätsbewertung von Isomalt GS- und Maltit-Produkten hergestellt nach unterschiedlichen Programmen (F- und Z-Programm, S. 118 - 120)

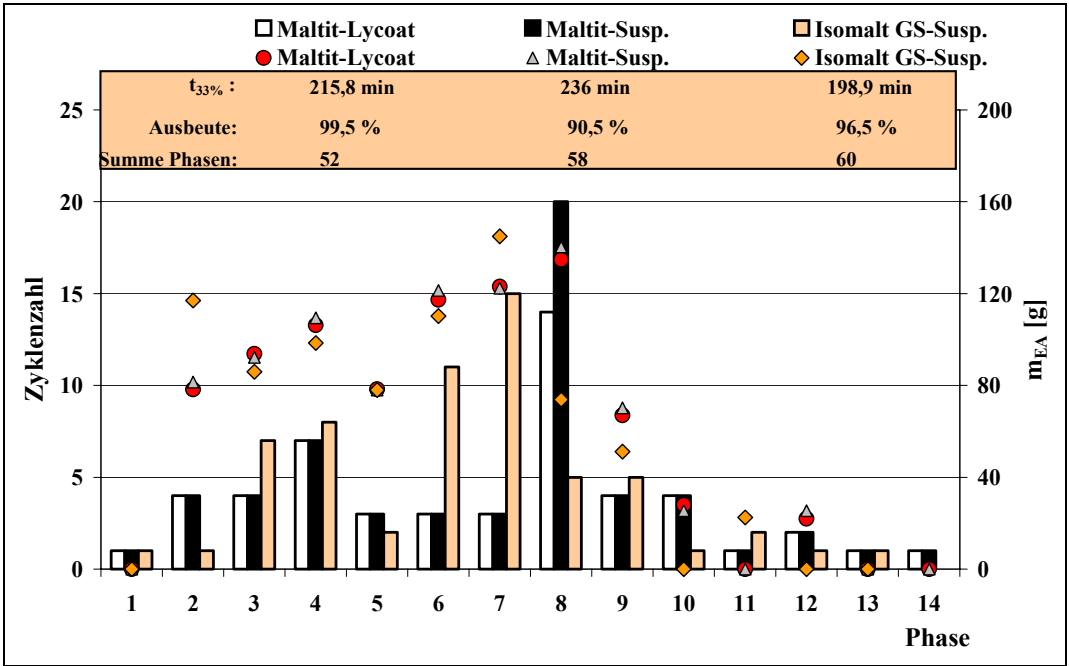


Abb. 12-35: Ablauf der Dragierungen nach dem L-Programm und Angaben von Prozeßdaten (S. 119)

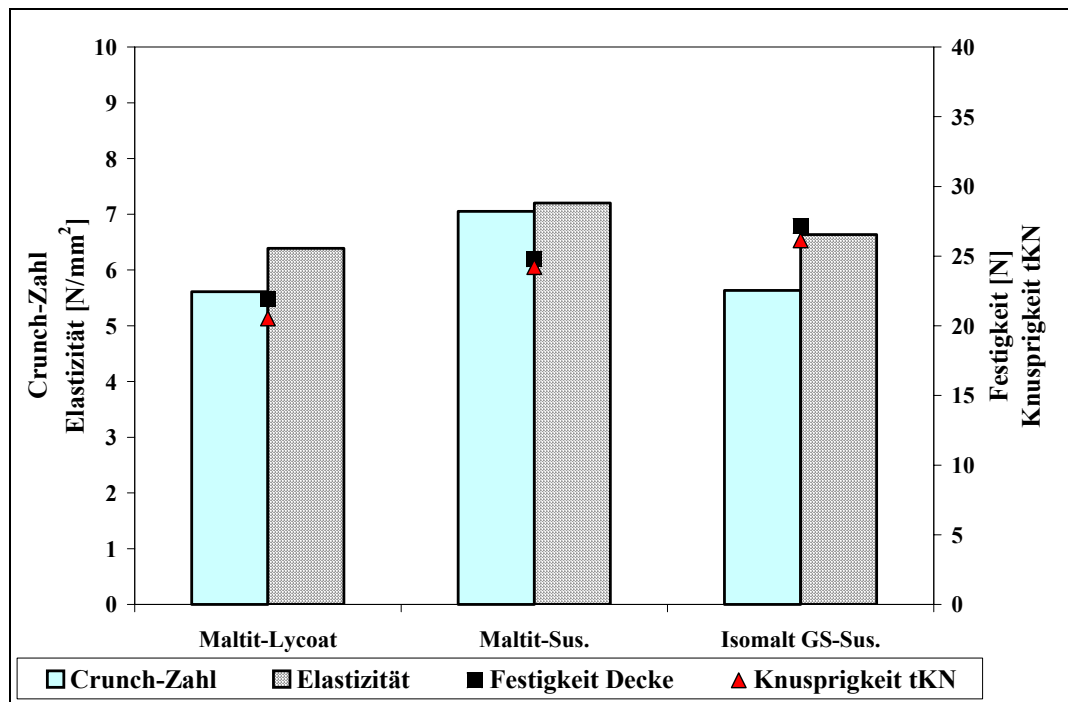


Abb. 12-36: Instrumentelle Qualitätsbewertung von Isomalt GS- und Maltit-Produkten hergestellt nach unterschiedlichen Programmen (L-Programm, S. 120)

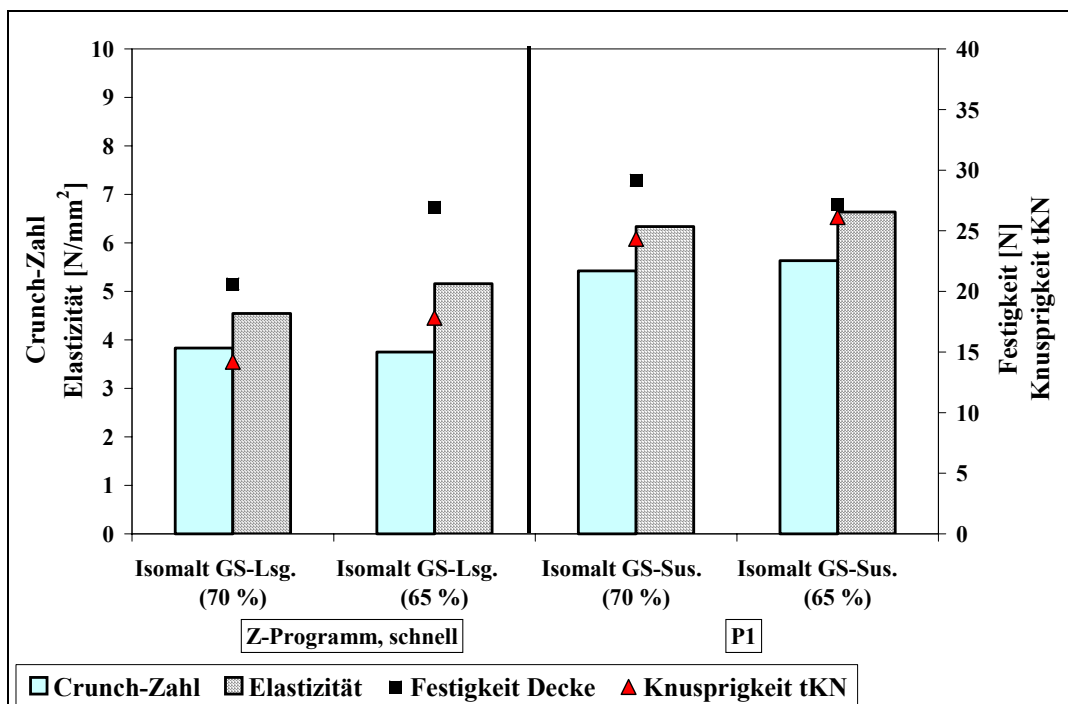


Abb. 12-37: Instrumentelle Texturbeurteilung von Isomalt GS-Dragees hergestellt aus unterschiedlich konzentrierten Lösungen und Suspensionen (K_{flach}, S. 122)

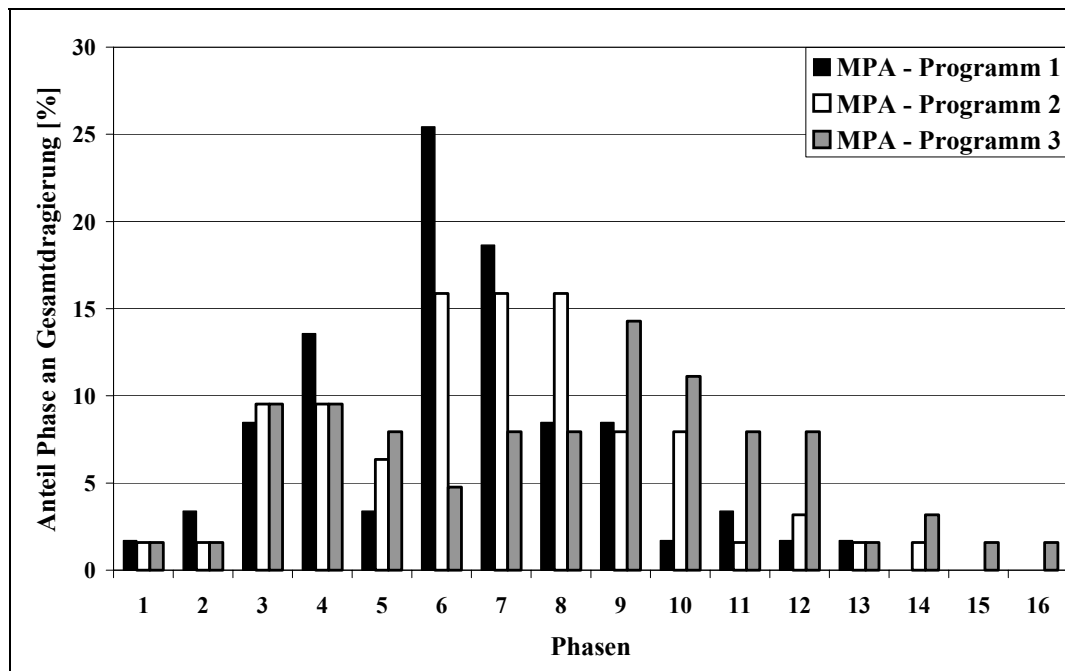


Abb. 12-38: Unterschiede der Dragierprogramme als Phasenanteile je Dragierung dargestellt – MPA (S. 52, 123)

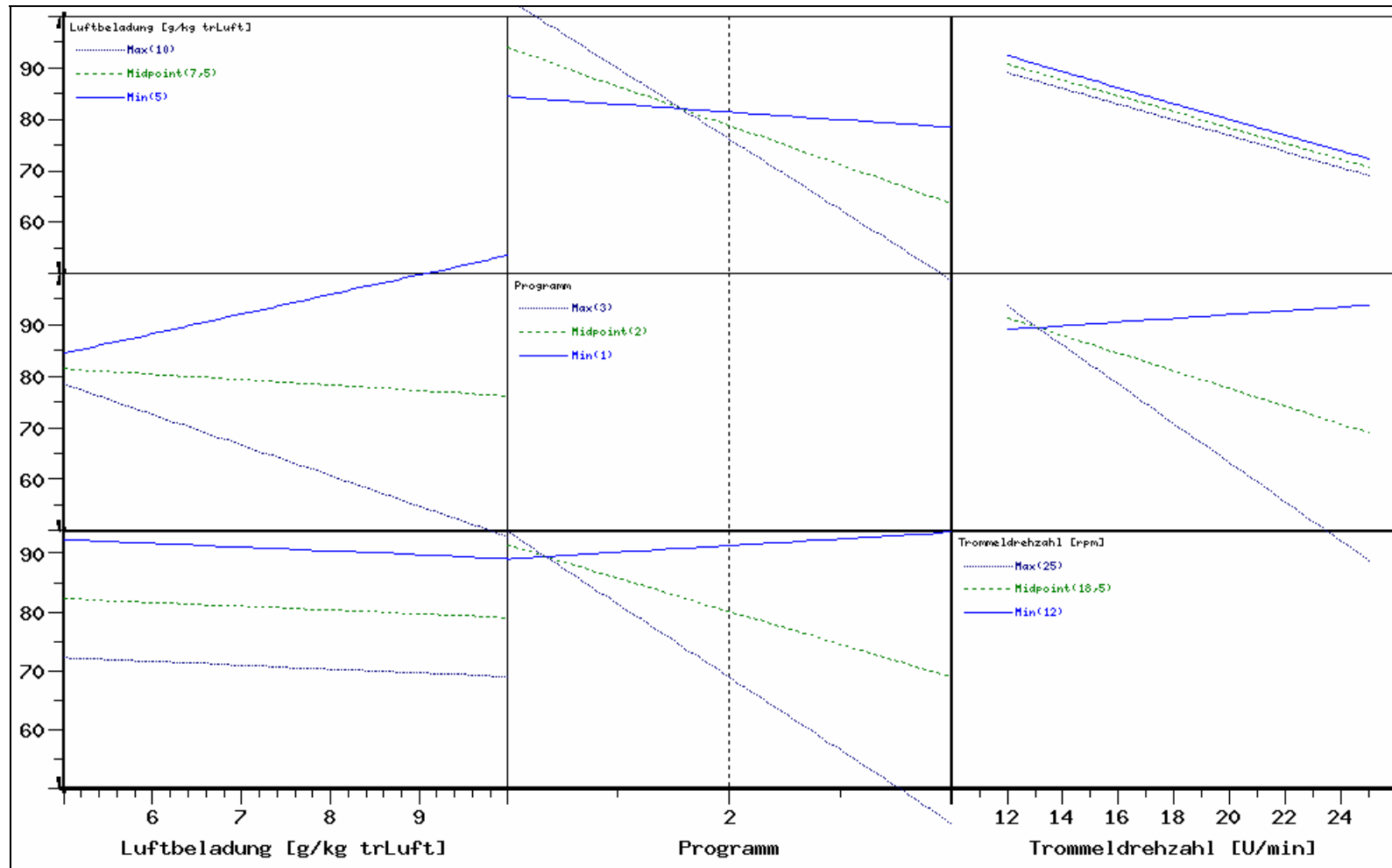


Abb. 12-39: Interaktionsgraph des Einflusses von Maschinenparametern auf die Ausbeute (S. 124)

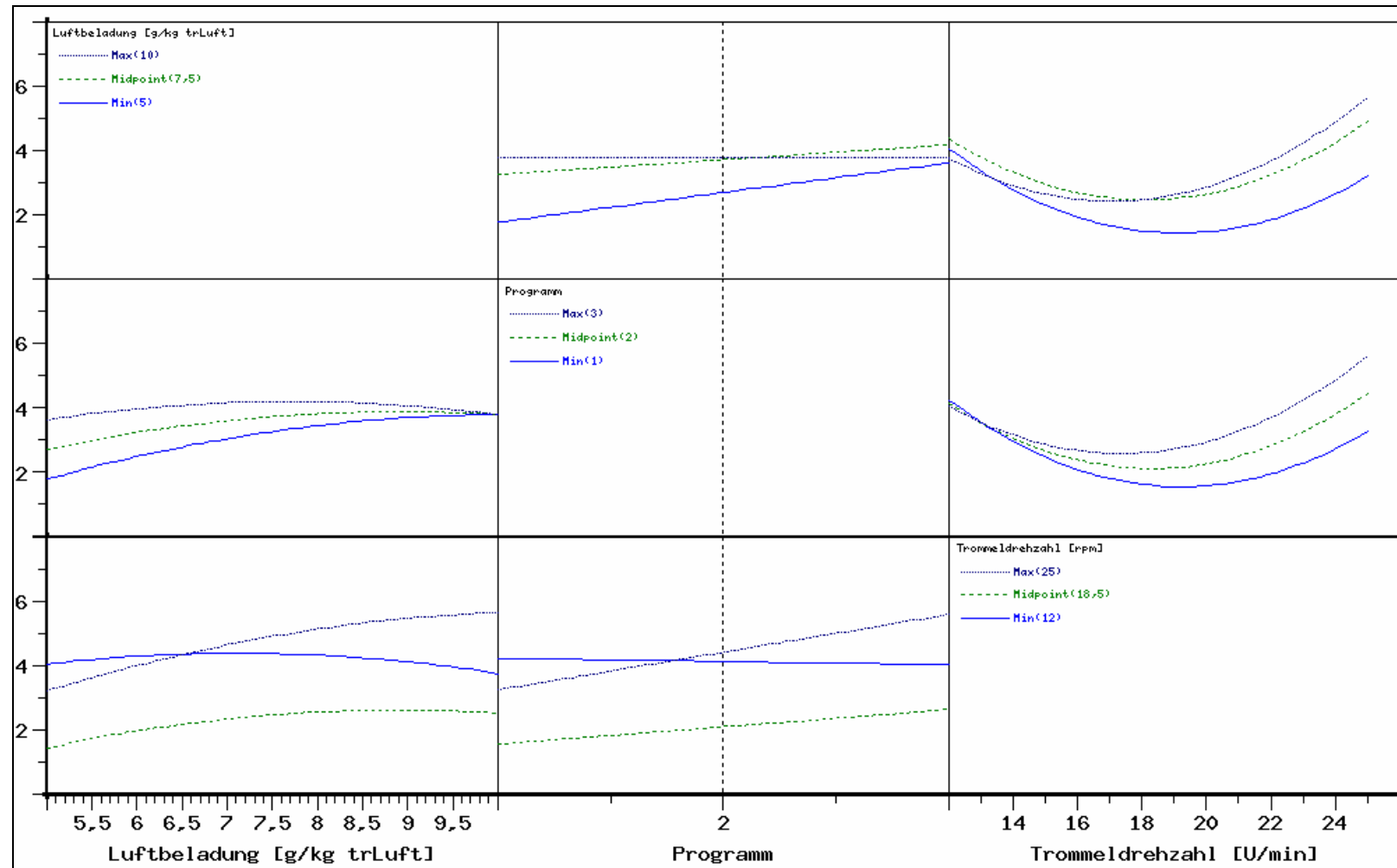


Abb. 12-40: Interaktionsgraph des Einflusses von Maschinenparametern auf die Knusprigkeit (S. 124)

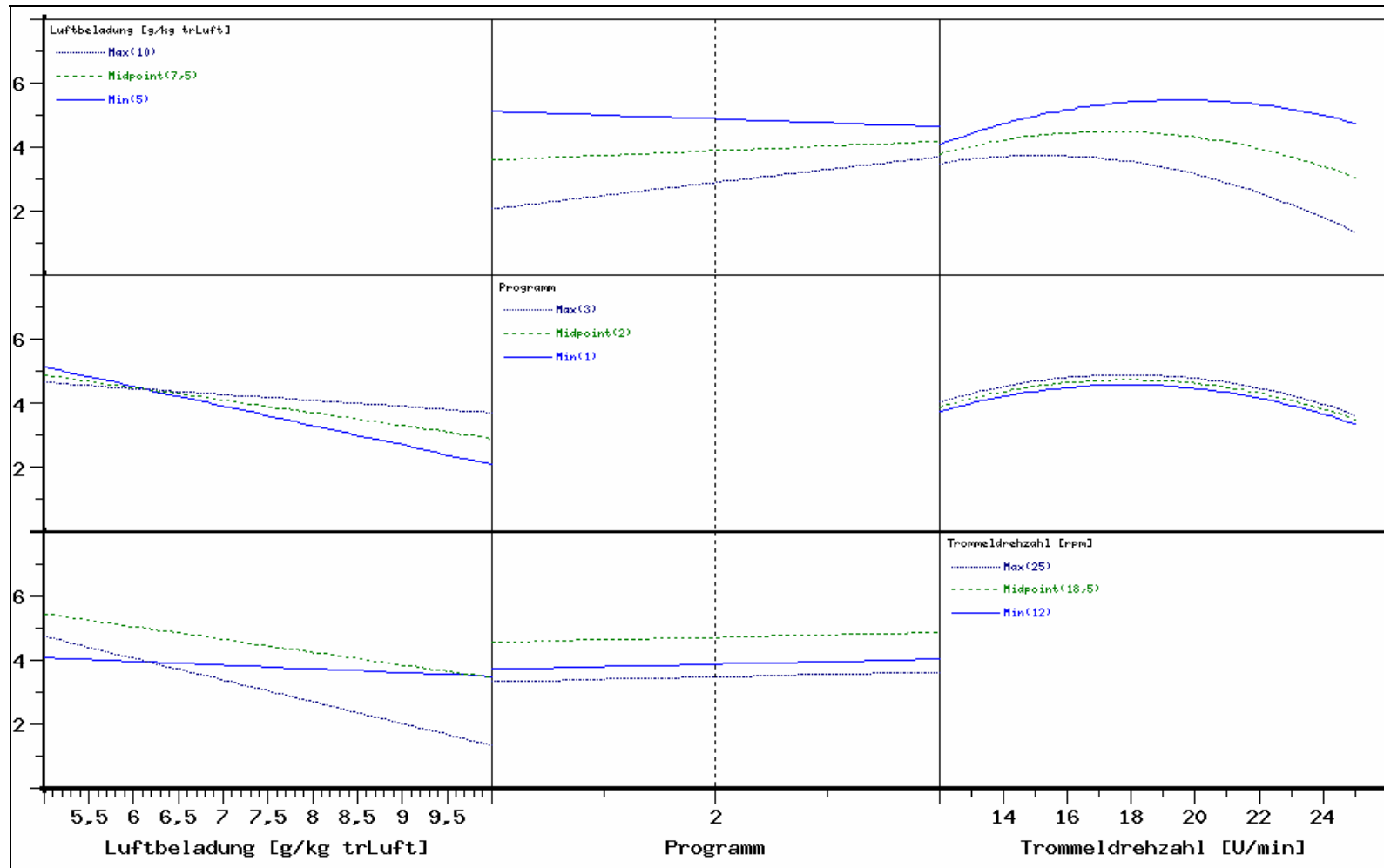


Abb. 12-41: Interaktionsgraph des Einflusses von Maschinenparametern auf das Bruchverhalten (S. 124)

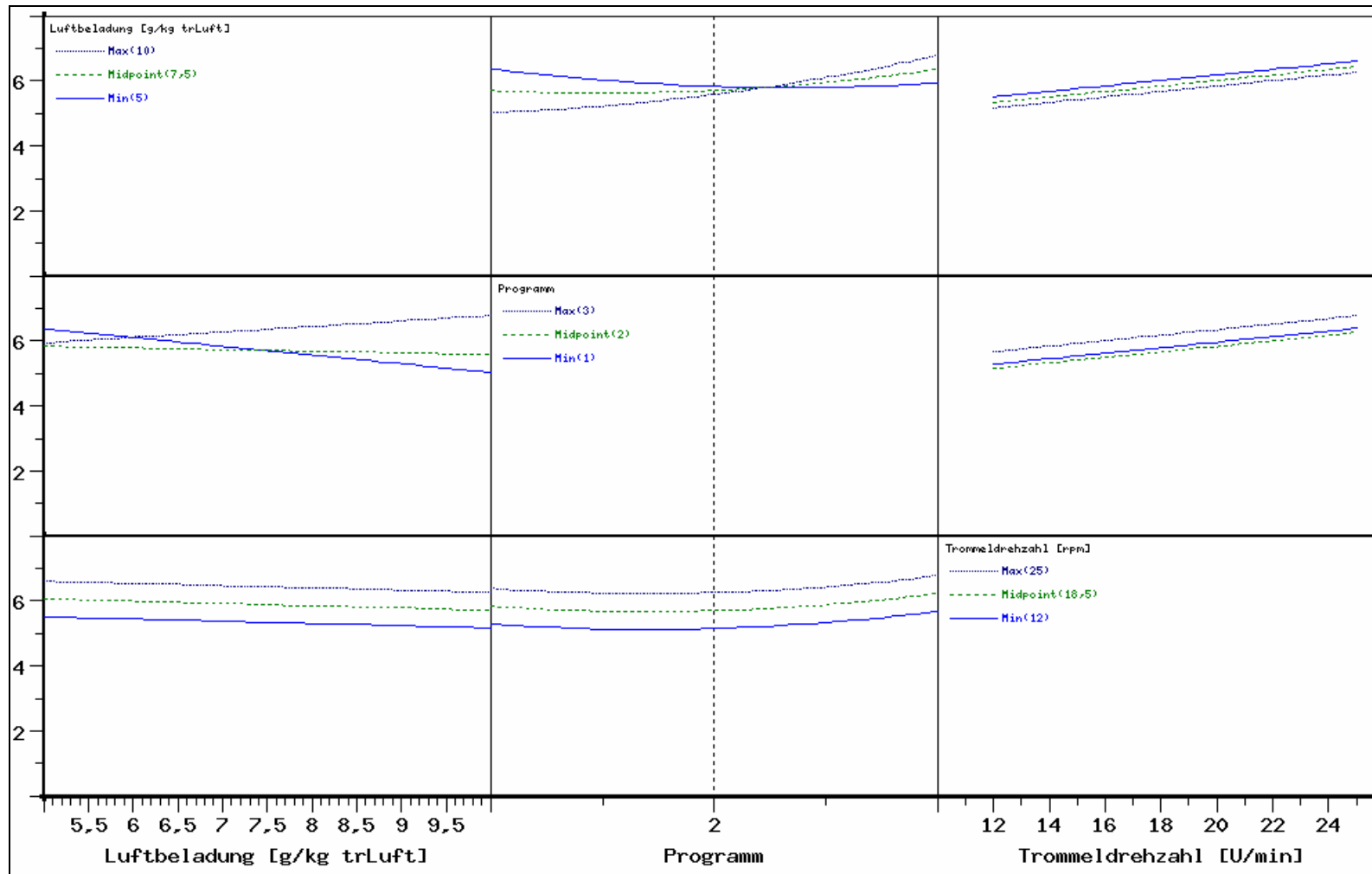


Abb. 12-42: Interaktionsgraph des Einflusses von Maschinenparametern auf das Aussehen (S. 124)

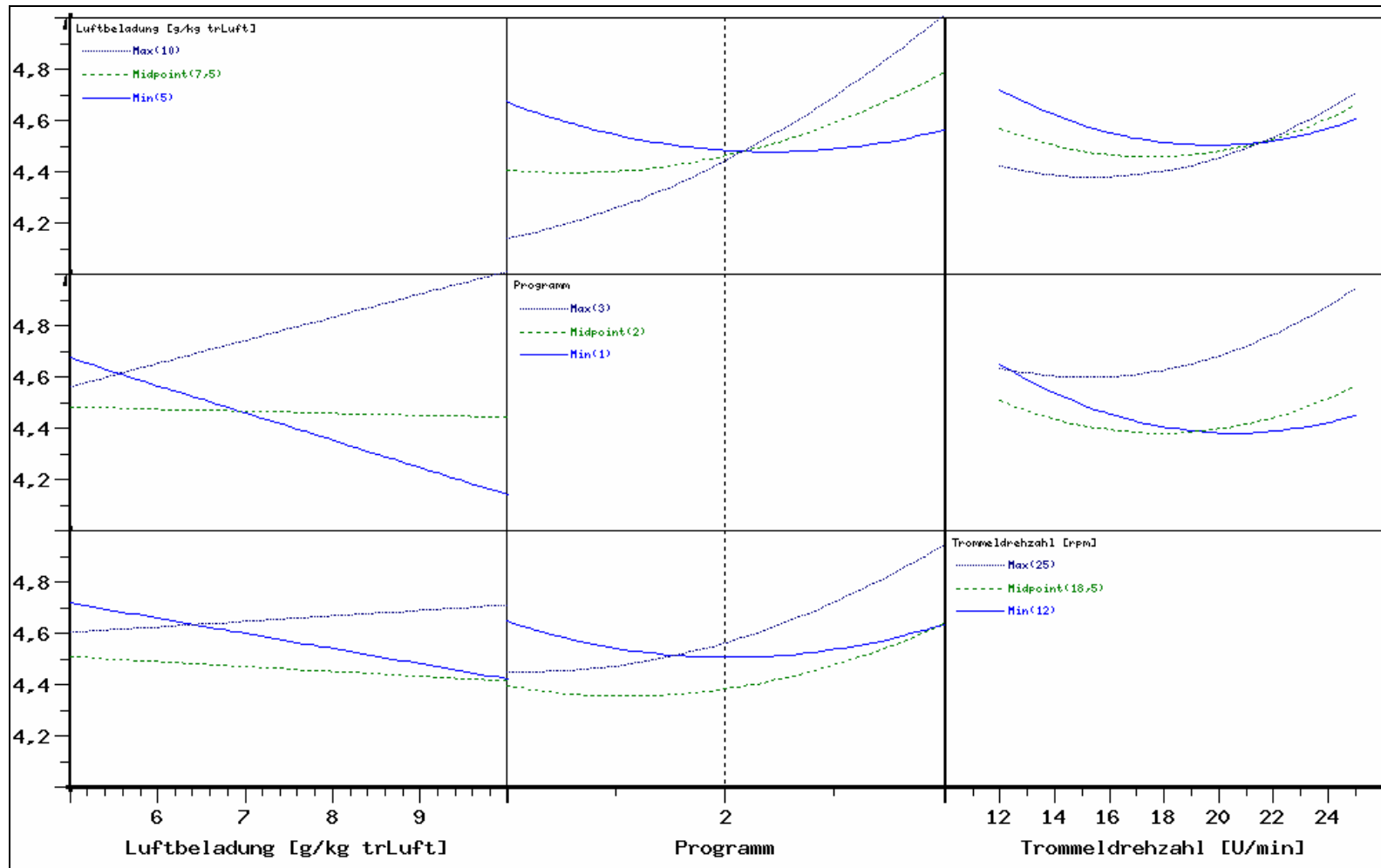


Abb. 12-43: Interaktionsgraph des Einflusses von Maschinenparametern auf den Wassergehalt der Decke [%] (S. 125)

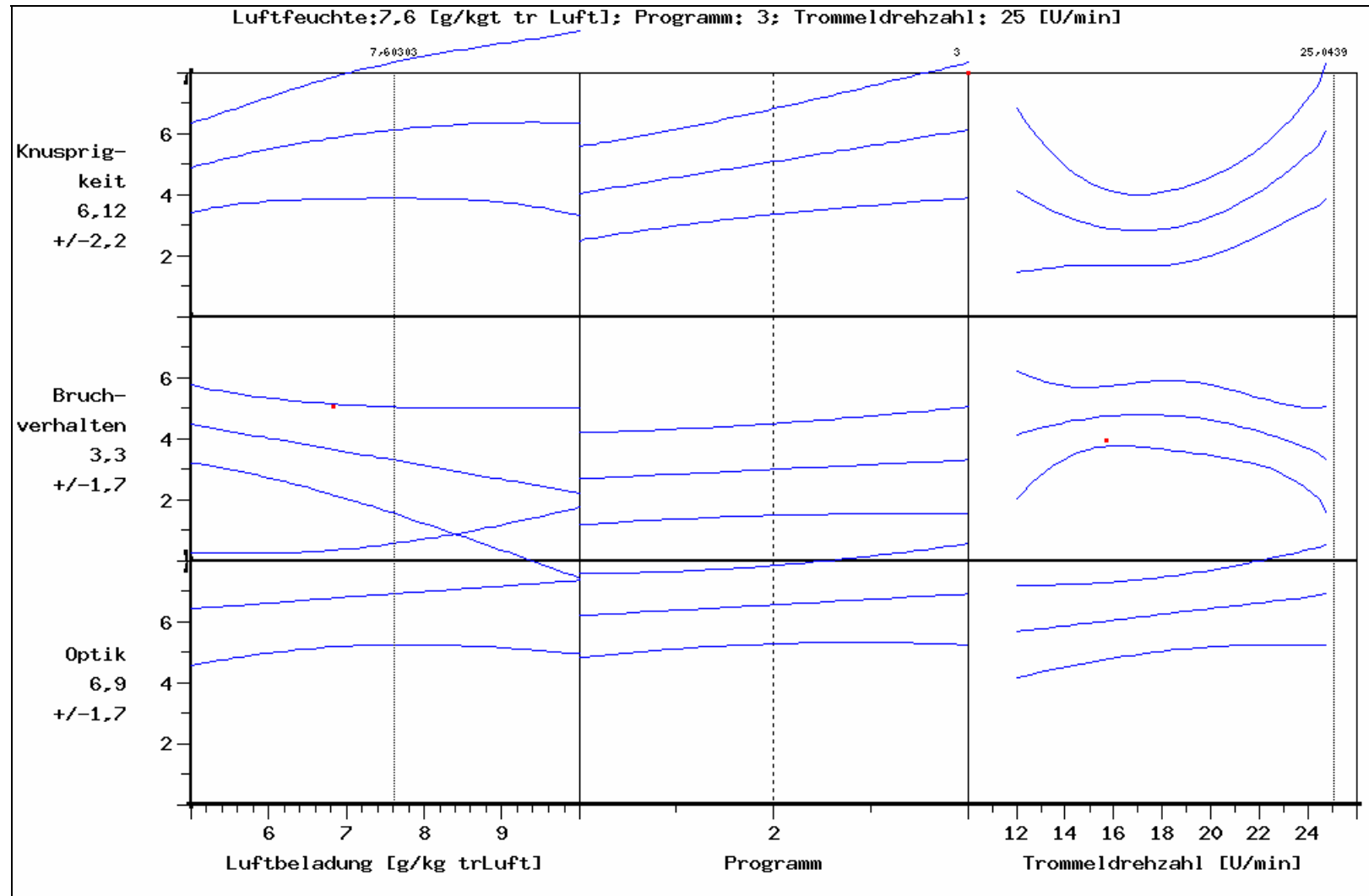


Abb. 12- 44: Predicted Response Graph der besten Einstellung der Maschinenparameter für einen optimalen sensorischen Eindruck (S. 126)

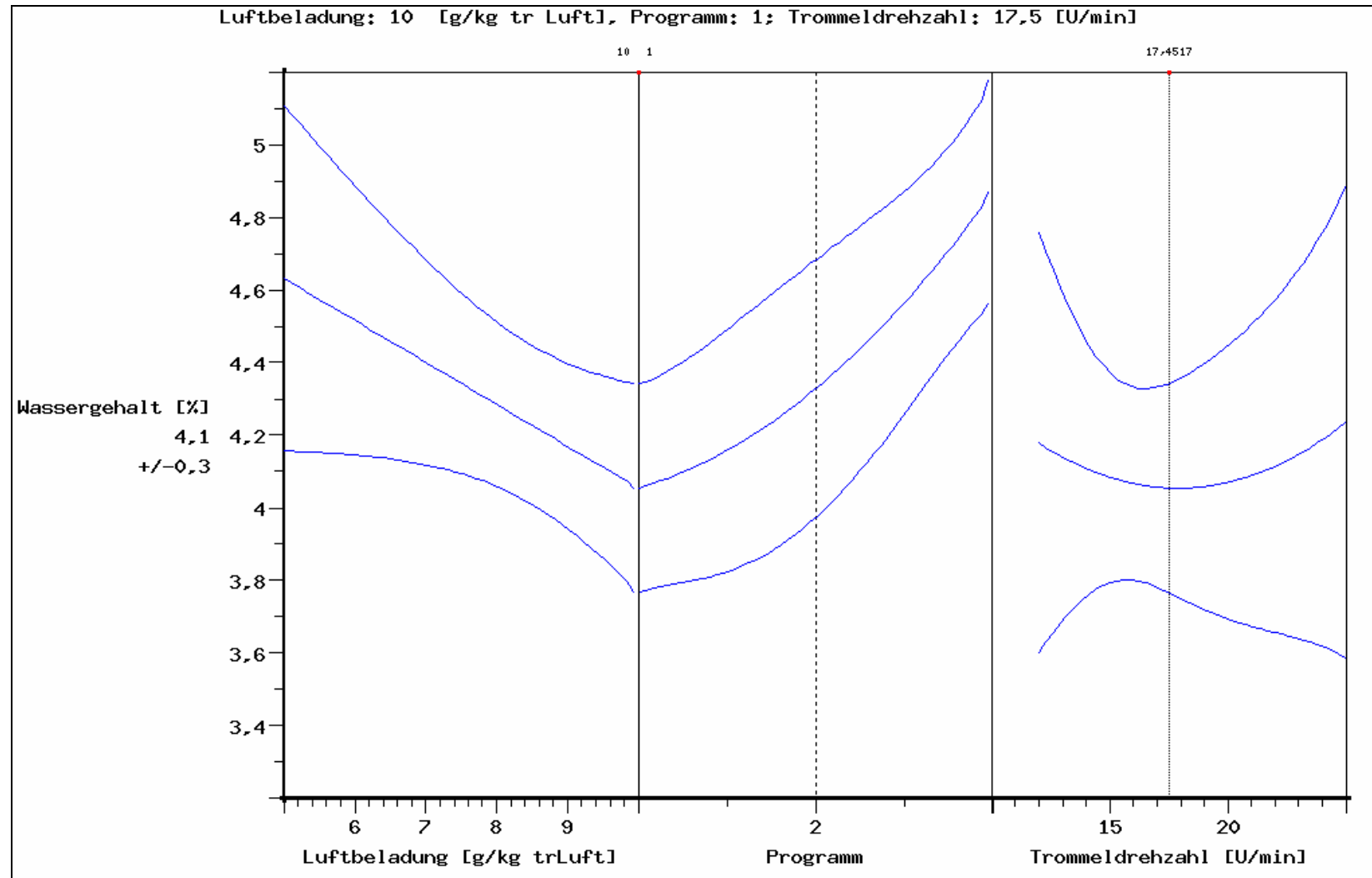


Abb. 12-45: Predicted Response Graph der besten Einstellung der Maschinenparameter für einen optimalen Wassergehalt in der Decke (S. 126)

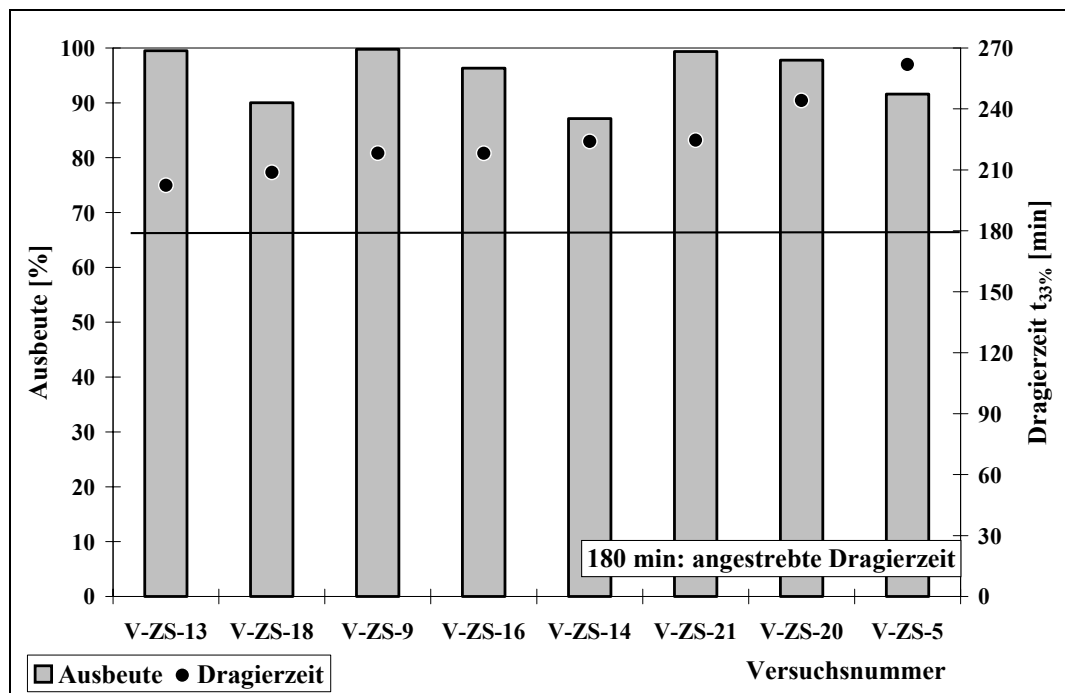


Abb. 12-46: Einfluß von Zusätzen auf die Dragierzeit und die Ausbeute der Gruppe 2 (S. 127)

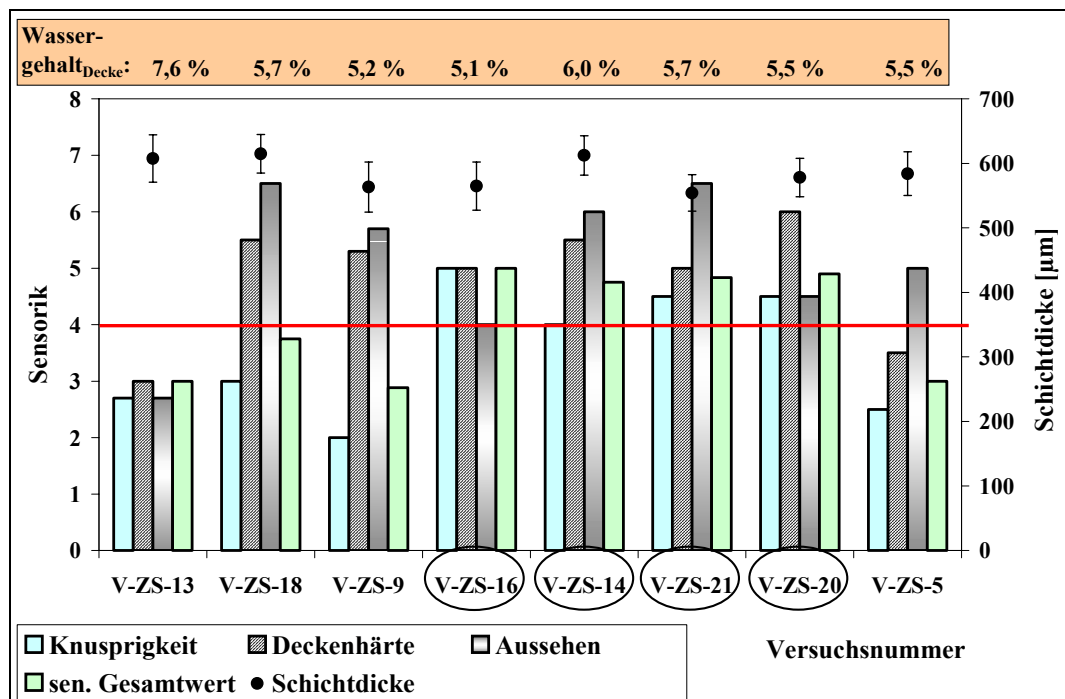


Abb. 12-47: Einfluß von Zusätzen auf sensorische Merkmale der Gruppe 2 (S. 128)

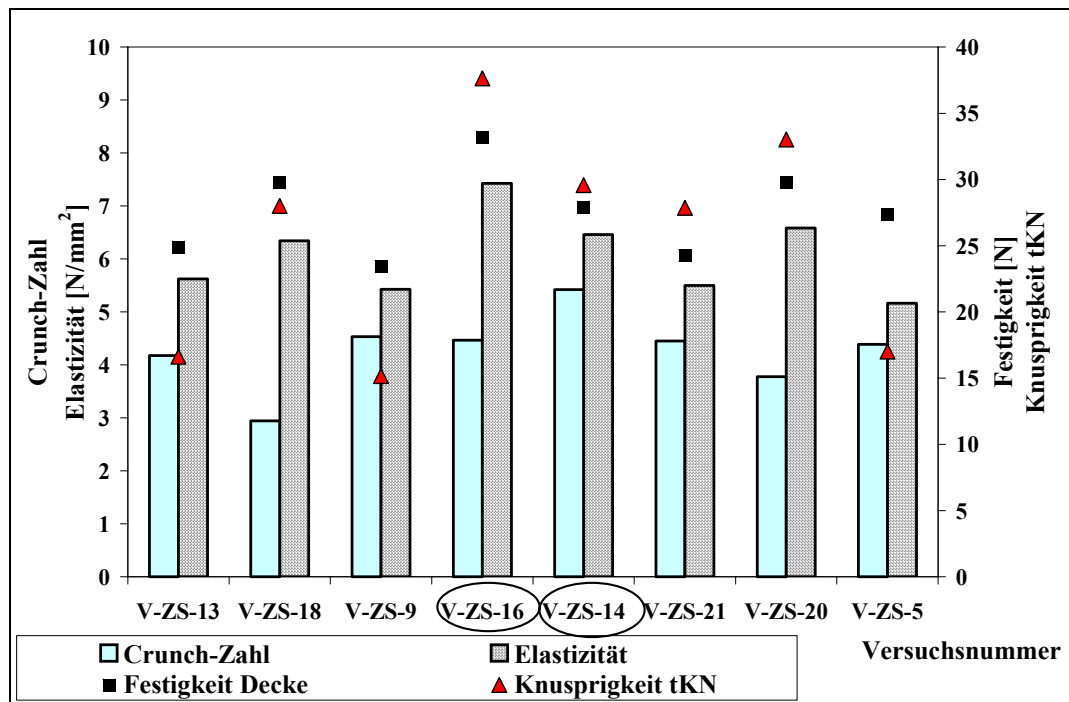


Abb. 12-48: Ergebnis der instrumentellen Texturbewertung von Isomalt GS-Dragees versetzt mit verschiedenen Zusätzen (S. 129)

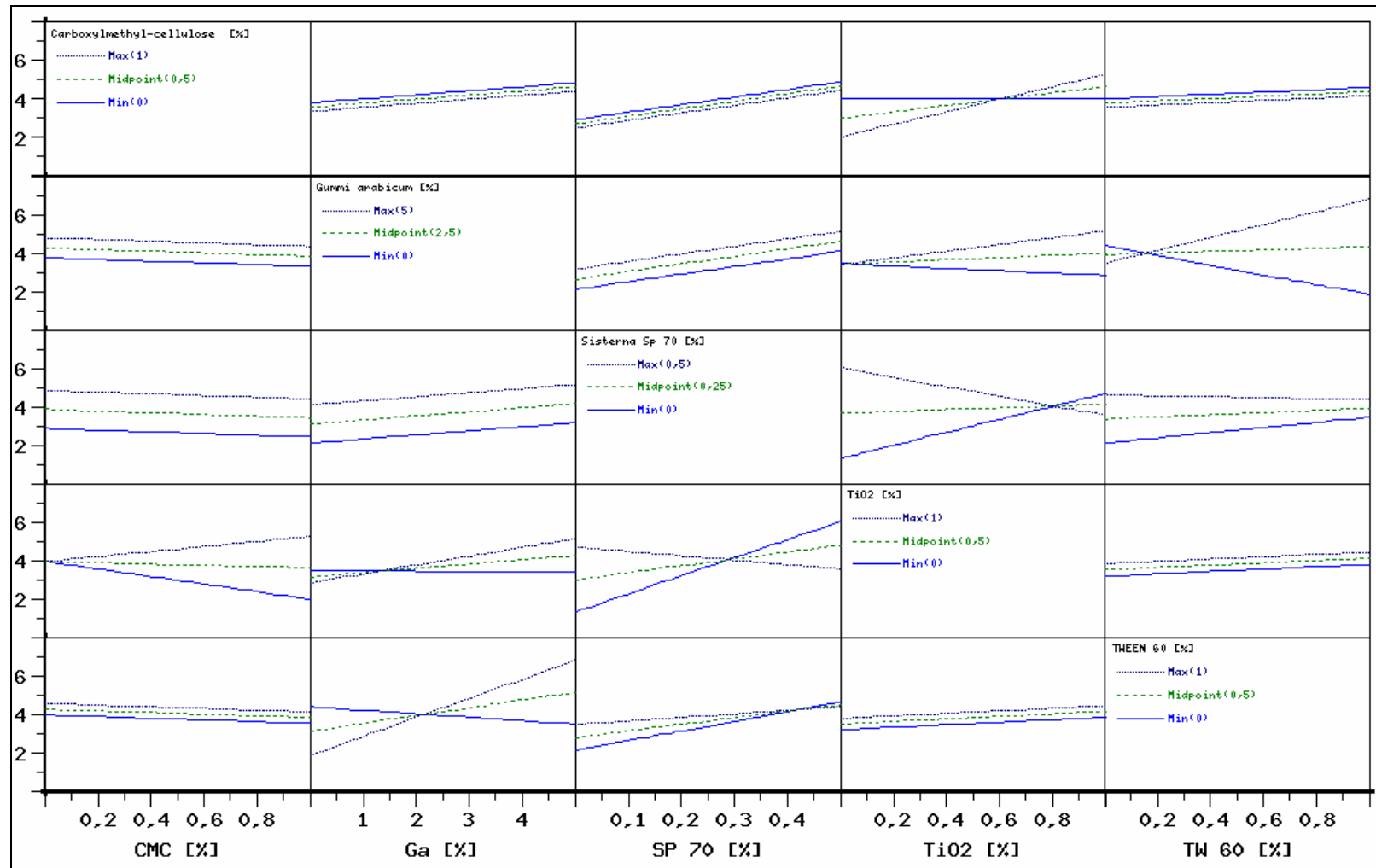


Abb. 12- 49: Interaktionsgraph des Einflusses von 5 Zusätzen auf das Bruchverhalten (S. 129)

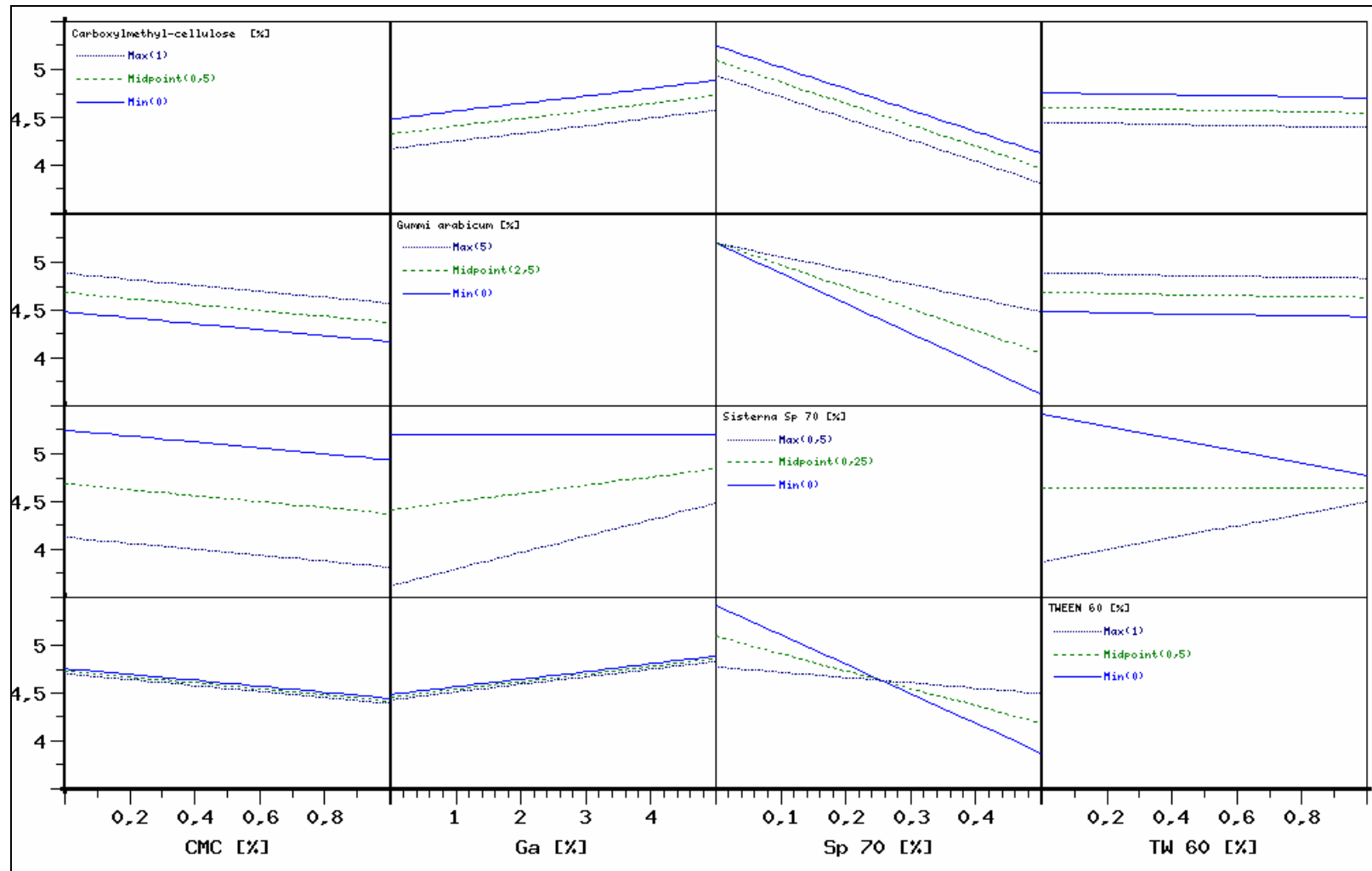


Abb. 12- 50: Interaktionsgraph des Einflusses von 5 Zusätzen auf die Crunch-Zahl (S. 129)

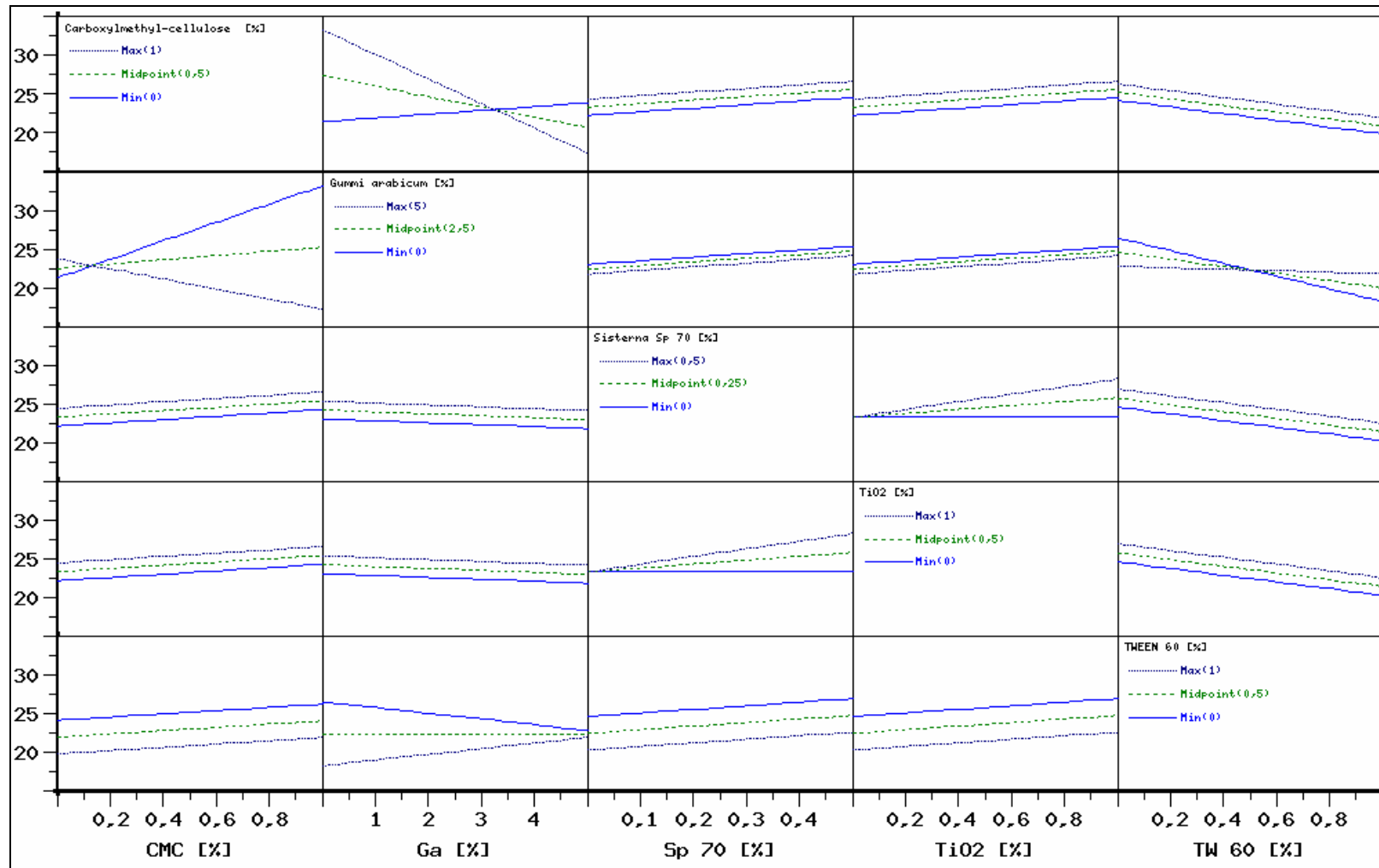


Abb. 12- 51: Interaktionsgraph des Einflusses von 5 Zusätzen auf die Knusprigkeit (tKN, S. 129)

12.2 Anlagen: Tabellen

Tab. 12-1: Sättigungskonzentrationen von Zuckeralkohol- und Saccharoselösungen [%]^[141] (S. 38)

T [°C]	Isomalt GM*	T [°C]	Isomalt ST	Isomalt GS	Maltit	Xylit	Sorbit	Saccharose
20	17,0	20	24,5	41,3	60,8	62,8	68,7	66,72
25	19,8	25	28,4	45,8	62,4	64,2	71,9	67,47
30,5	23,0	30	32,4	48,9	64,2	68,2	73,0	68,29
35	26,5	35	36,3	53,6	65,9	72,1	75,7	69,17
40,3	30,0	40	40,4	57,6	67,6	74,2	78,3	70,10
45	34,0	45	44,4	60,5	69,2	78,0	80,8	71,09
50	38,0	50	48,5	64,0	70,7	80,0	83,3	72,12
55	41,9	55	52,4	66,5	72,8	83,7	85,9	73,18
59,5	46,0	60	56,3	71,3	74,8	85,1	85,9	74,26
68,7	54,0	65	60,3	71,7	76,1	88,8	90,0	75,37
70	54,9	70	64,3	74,3	78,0	91,5	94,1	76,48
75	61,3	75	68,3	76,0	79,7	94,0	102,3	77,59

Tab. 12-2: Berechnete Konzentrationen von Modellsuspensionen für $FS_{ber.} = 10\%$ ^[141] (S. 38)

T [°C]	Isomalt GM*	T [°C]	Isomalt ST	Isomalt GS	Maltit	Xylit	Sorbit	Saccharose
20	18,7	20	27,0	22,0	29,6	69,1	75,6	68,8
25	21,7	25	31,2	27,5	34,4	70,6	79,1	69,5
30,5	25,3	30	35,6	33,0	39,2	75,0	80,3	70,3
35	29,2	35	39,9	38,5	43,9	79,3	83,2	71,2
40,3	33,0	40	44,4	44,0	48,9	81,6	86,1	72,3
45	37,4	45	48,8	49,5	53,7	85,8	88,9	73,0
50	41,8	50	53,4	55,0	58,7	88,0	91,6	74,0
55	46,1	55	57,6	60,5	63,4	92,1	94,5	75,0
59,5	50,6	60	61,9	66,0	68,1	93,6	94,4	76,0
68,7	59,4	65	66,3	71,5	73,0	97,7	99,0	77,1
70	60,3	70	70,7	77,0	77,8	100,7	103,5	78,2
75	67,5	75	75,1	82,5	82,6	103,4	102,3	79,2

Tab. 12-3: Berechnete Konzentrationen von Modellsuspensionen für $FS_{ber.} = 20\%$ ^[141] (S. 38)

T [°C]	Isomalt GM*	T [°C]	Isomalt ST	Isomalt GS	Maltit	Xylit	Sorbit	Saccharose
20	20,4	20	29,4	24,5	24,0	75,4	82,4	70,6
25	23,7	25	34,1	28,5	30,0	77,0	86,3	71,1
30,5	27,6	30	38,9	33,1	36,0	81,8	87,6	72,1
35	31,8	35	43,6	38,2	42,0	86,5	90,8	72,9
40,3	36,0	40	48,5	43,2	48,0	89,0	94,0	73,8
45	40,8	45	53,3	49,0	54,0	93,6	97,0	74,7
50	45,6	50	58,2	54,7	60,0	96,0	100,0	75,6
55	50,3	55	62,9	60,3	66,0	100,4	103,0	76,6
59,5	55,2	60	67,6	66,2	72,0	102,1	103,0	77,6
68,7	64,8	65	72,4	77,8	78,0	106,6	108,0	78,5
70	65,8	70	77,2	79,0	84,0	109,8	112,9	79,6
75	73,6	75	82,0	88,3	90,0	112,8	111,6	80,6

* ermittelte Daten bei ZAFES

Tab. 12-4: Präparation von Kaugummikernen zur Untersuchung der Benetzbarkeit (S. 38)

Bezeichnung	Präparation
unbehandelt	Originalproben mit Talkum bedeckt
entstaubt und geglättet	20 min in Dragiertrommel bei 20 min ⁻¹ mit Luftstrom
gewaschen	1 min in 25 °C warmem, destilliertem Wasser gelegt, 15 h bei Raumbedingungen getrocknet
hydrophobiert	8 kg Charge in Dragieranlage, Kerne werden 4 x beschichtet mit 50 %iger Gummi arabicum-Lösung

Tab. 12-5: Übersicht von Modellsuspensionen für die Sedimentationsuntersuchung mit $FS_{ber.} = 10\%$ (S. 40)

Probenbezeichnung	T [°C]	Menge Zusatz [%]	FS _{ber.}
Isomalt GM-10 %	30	-	GM
Isomalt GM-10 % Xa 0,05 %		0,05	
Isomalt GM-10 % Ga 1 %		1,0	
Isomalt GM-10 %	40	-	
Isomalt GM-10 % Xa 0,05 %		0,05	
Isomalt GM-10 % Ga 1 %		1	
Isomalt GS mit ST -10 %	25	-	ST
Isomalt GS mit ST -10 %	30	-	
Isomalt GS mit ST -10 % TW 60 1 %		1,0	
Isomalt GS mit ST -10 %	40	-	
Isomalt GS mit ST -10 % TW 60 1 %		1,0	
Isomalt GS mit GS-10 %	30	-	GS
Isomalt GS mit GS-10 %	40	-	
Isomalt GS mit GS-10 % TW 60 1 %		1,0	
Isomalt ST-10 %	25	-	ST
Isomalt ST-10 % TiO ₂ 1 %		1,0	
Isomalt ST-10 %	30	-	ST
Isomalt ST-10 % Ga 1 %		1,0	
Isomalt ST-10 % TW 60 0,33 %		0,33	
Isomalt ST-10 % TiO ₂ 1 %		1,0	
Isomalt ST-10 % Ga 1%+ TiO ₂ 1 %		je 1,0	
Isomalt ST-10 %	40	-	ST
Isomalt ST-10 % Ga 1 %		1,0	
Isomalt ST-10 % TW 60 0,33 %		0,33	
Isomalt ST-10 % TiO ₂ 1 %		1,0	
Isomalt ST-10 % Ga 1%+ TiO ₂ 1 %		je 1,0	
Isomalt ST-10 % Xa 0,05 %		0,05	

Tab. 12-6: Übersicht von Modellsuspensionen für granulometrische Untersuchungen, $T = 40\text{ °C}$ (S. 42)

Probenbezeichnung	ZS [%]
Isomalt GS mit GS-10 %	-
Isomalt GS mit GS-10 % Ga 1 %	1
Isomalt GS mit GS-10 % Ga 5 %	5
Isomalt GS mit GS-10 % SP70 0,05 %	0,05
Isomalt GS mit GS-20 %	-
Isomalt GS mit GS-20 % Ga 1 %	1
Isomalt GS mit GS-20 % Ga 5 %	5
Isomalt GS mit GS-20 % Sp 70 0,05 %	0,05
Isomalt GS mit GS-20 % Sp 70 0,3 %	0,3
Isomalt GS mit GS-20 % TW 60 0,33 %	0,33
Isomalt GS mit GS-20 % TW 60 1 %	1
Isomalt ST-10 %	-
Isomalt ST-10 % TW 60 0,33 %	0,33
Isomalt ST-20 %	-
Isomalt ST-20 % Sp 70 0,05 %	0,05
Isomalt ST-20 % Sp 70 0,3 %	0,3
Isomalt ST-30 %	-
Isomalt ST-30 % Ga 1 %	1
Isomalt ST-30 % Ga 5 %	5
Isomalt ST-30 % Sp 70 0,05 %	0,05
Isomalt ST-30 % S 70 0,3 %	0,3

Tab. 12-7: Rezepturen von Isomalt GS-Medien mit $TS \approx 65\%$, $T = 40\text{ °C}$, $Ga = 2\%$ für granulometrische Untersuchungen (S. 42)

Bezeichnung	Verhältnis = zu lösendes Polyol : zu Feststoffzugabe
Isomalt GS mit Isomalt ST-Standard	2:1
Isomalt GS mit Isomalt ST-Variante I	1,5:1
Isomalt GS mit Isomalt GS-Standard	2:1
Isomalt GS mit Isomalt GS-Variante I	1,5:1

Tab. 12-8: Übersicht von Rezepturen und deren rheologischer Untersuchungen (praxisrelevante Dragierlösungen und -suspensionen, S. 43, 73)

Bezeichnung	T_A	c [%]	c_{Zusatz} [%]		Untersuchungsart				
	[°C]		Ga [%]	TiO ₂ [%]	C	V.50	V.S	V.Osz	V.T
Isomalt GS mit ST-Sus.-65	40	65,8	2	1	X	X	X	X	
Isomalt GS-Lsg.-65	50	65	2	1	X	X		X	X
Isomalt GS-Lsg.-70	50	70	2	1	X	X		X	X
Isomalt ST-Sus.-65	60	65,8	2	1	X	X	X	X	
Isomalt ST-Lsg.-65	65	65	2	1	X	X		X	X
Isomalt ST-Lsg.-70	70	70	2	1		X		X	
Maltit-Lsg.-65	50	65	2	1		X		X	X
Maltit-Lsg.-70	60	70	2	1		X		X	X

Tab. 12-9: GC-Vorgaben für Hauptpolyol: Isomalt (S. 47)

Säule:	fused silica HT-8 (10 m x 0,1 mm x 0,1 µm)
Injektor:	PTV; 105 °C (0,1 min), 490 °C/min auf 350 °C
Injektionsvolumen:	2,0 µl
Splitverhältnis:	1:25
Temperaturprogramm:	100 °C (1 min); 20 °C/min auf 360 °C
Trägergas:	Helium 4.6
Flußrate:	0,3 ml/min (constant flow)
Detektor:	FID (360 °C)

Tab. 12-10: GC-Vorgaben für Hauptpolyol: Sorbit (S. 47)

Säule:	fused silica DB-5 (60 m x 0,25 mm x 0,25 µm)
Injektor:	PTV 80 °C (0,01 min), 490 °C/min auf 325 °C
Injektionsvolumen:	1 µl
Splitverhältnis:	1:50
Temperaturprogramm:	80 °C (1 min); 30 °C/min auf 170°C; 5 °C/min auf 360 °C
Trägergas:	Helium 4.6
Flußrate:	1,4 ml/min (constant flow)
Detektor:	FID (360 °C)

Tab. 12-11: Standarddragierprogramm (Pr. 1, S. 51, 105, 112)

Standardpro- gramm (Pr. 1)	Phase	Zyklenzahl	m_{Auftrag} [g]	t_{Trocknung} [sec]	t_{Verteilung} [sec]
Anwärmphase	1	1	0	60	0
Befeuchtungsphase	2	1	110-128	300	60-90
langsamer Aufbau	3	7	78-84	128-228	48-60
	4	8	92-98	150-180	30-72
Zwischentrocknung bzw. Aromaphase	5	2	72-75	150	48
Aufbauphasen	6	7-11	111-117	150-180	48-78
	7	11-20	140-155	171-202	30-60
Glättungsphasen	8	3-5	71-74	108-136	30-48
	9	3	53	96	240
Zwischentrocknung	10	1	0	600	0
Abschlußglättung	11	2	23,5	90	120
Jogging	12	1	0	0	600
Endtrocknung	13	1	0	600	0

Tab. 12-12: D-optimaler Versuchsplan mit quadratischen Effekten zur Untersuchung des Einflusses von Maschinenparametern (S. 52)

Versuchsnummer	Trommeldrehzahl [min ⁻¹]	Wasserbeladung der Luft [g _{Wasser} /kg _{tr Luft}]	Programm
1	20	10	3
2	25	5	1
3	25	5	3
4	15	7,5	1
5	15	5	3
6	15	7,5	2
7	25	5	2
8	15	7,5	3
9	25	7,5	1
10	15	10	1
11	20	7,5	1
12	15	5	3

Tab. 12-13: Attribute-Katalog zur sensorischen Beurteilung (S. 54)

Attribut	Knusprigkeit	Härte der Decke	Lautstärke
Skale	Bedeutung	Bedeutung	Bedeutung
8	außerordentlich ausgeprägt	außerordentlich hart	außerordentlich laut
7	sehr stark ausgeprägt	sehr hart	sehr laut
6	stark ausgeprägt	hart	laut
5	mittel stark ausgeprägt	mäßig hart	mittel laut
4	ausgeprägt	gering hart	erkennbares Geräusch
3	schwach ausgeprägt	weich	leise
2	sehr schwach ausgeprägt	sehr weich	sehr leise
1	außerordentlich schwach	außerordentlich weich	außerordentlich leise
0	nicht vorhanden	elastisch, nicht vorhanden	kein Geräusch

Attribut	Bruchverhalten	Aussehen (Oberfläche)
Skale	Bedeutung	Bedeutung
8	außerordentlich fein	außerordentlich glatt (ohne Struktur)
7	sehr fein	sehr glatt (leichte Struktur am Rand)
6	fein	glatt (leichte Struktur über gesamten Dragee)
5	mäßig fein	leicht rau größere Unebenheiten mit sichtbaren Löchern
4	mittel grob	deutlicher rau mit tieferen Löchern Löchern und Kratern
3	grob	raue Oberfläche mit Löchern und Kratern
2	sehr grob	sehr raue Oberfläche mit Löchern und Kratern
1	außerordentlich grob	Briefmarkeneffekt (sehr unebene Oberfläche, gezackte Kanten)
0	elastisch, nicht vorhanden	unvollständig geschlossen Oberfläche

Tab. 12-14: Geräteparameter des Texture-Analysers (S. 54)

Software:	Texture Expert Exceed
Methode:	zurück zum Start
Vorgeschwindigkeit:	0,1 mm/s
Testgeschwindigkeit:	0,1 mm/s
Rückgeschwindigkeit:	5,0 mm/s
Brucherkennung:	aus
Schwellenwert:	0,06 N
Eindringtiefe:	3 mm
Meßwerkzeug:	Zylinder SMS P5 (5 mm Durchmesser)
Meßeinrichtung:	confectionary holder (ohne obere Platte)

Tab. 12-15: Lagerungsbedingungen (S. 55)

rel. Luftfeuchte [%]	T [°C]	Salz	Lagerort	Beurteilung
40 bis 50	25 ± 2	-	Lager	Sensorik, TPA
60	30 ± 0,5	(NH ₄ NO ₃)	Klimacontainer	TPA, Wassergehalt
70	30 ± 0,5	90 % (NaNO ₃) + 10 % (NH ₄ NO ₃)		

Tab. 12-16: Zusammenfassung der Partikelgrößen (x_M-Werte) von Isomalt ST- und Isomalt GS-Suspensionen mit Zusätzen (S. 61)

Formulierung	x _{M,a} [μm]	x _{M,e} [μm]	x _{95,e} [μm]	n _{S,a}	n _{S,e}
Isomalt ST-10 % TW 60 0,33 %	7,3	20,9	41,4	1,5	1,7
Isomalt ST-30 % Ga 1 %	14,8	30,4	60,6	2,3	1,7
Isomalt ST-30 % Ga 5 %	18,2	27,0	58,0	1,8	1,9
Isomalt ST-20 % Sp 70 0,05 %	7,5	20,3	51,4	2,6	2,3
Isomalt ST-20 % Sp 70 0,03 %	7,6	24,4	53,4	1,6	2,0
Isomalt ST-30 % Sp 70 0,05 %	7,4	26,6	47,8	1,5	1,5
Isomalt ST-30 % Sp 70 0,03 %	7,8	27,3	57,2	1,8	1,8
Isomalt GS-10 % Ga 1 %	4,1	9,2	17,7	1,8	1,4
Isomalt GS-10 % Ga 5 %	4,8	8,0	14,8	4,1	1,4
Isomalt GS-20 % Ga 1 %	4,2	8,1	16,1	2,8	1,5
Isomalt GS-20 % Ga 5 %	4,5	6,8	14,3	1,8	1,7
Isomalt GS-20 % TW 60 0,33 %	3,8	8,4	15,0	1,7	1,3
Isomalt GS-20 % TW 60 1 %	4,4	8,2	15,0	1,9	1,3
Isomalt GS-10 % Sp 70 0,05 %	5,0	6,7	14,0	1,7	1,6
Isomalt GS-20 % Sp 70 0,05 %	7,8	7,9	14,7	1,5	1,6
Isomalt GS-20 % Sp 70 0,03 %	5,9	6,2	11,4	2,1	1,3

Tab. 12-17: Entmischungs- und Aufklargeschwindigkeiten einer Isomalt ST-Suspension in Abhängigkeit der Zeit (S. 66)

Proben-Nr.	Zeit [min]	Probenbereich [mm]	v _{BS} [ΔBS/min]	v _{TR} [ΔTR/min]
1	0	BS: 6,8 – 17,0 TR: ----	0,18	---
2	30	BS: 6,8 – 17,0 TR: 50,9 – 56,1	0,31	0,06
3	60	BS: 7,0 – 17,2 TR: 50,7 – 55,9	0,33	0,19
4	90	BS: 6,6 – 16,6 TR: 49,4 – 56,8	0,36	0,76
5	270	BS: 6,9 – 16,1 TR: 52,1 – 57,3	0,33	4,0

Tab. 12-18: Entmischungs- und Aufklargeschwindigkeit einer Isomalt GM-Suspension in Abhängigkeit der Probezeit (S. 66, 67)

Proben-Nr.	Zeit [min]	Probenbereich [mm]	v _{BS} [ΔBS/min]	v _{TR} [ΔTR/min]	t _(TR=50 %) [min]
1	0	BS: 7,1 – 9,4 TR: 10,7 – 55,9	1,0	3,2	10,8
2	30	BS: 6,7 – 9,0 TR: 11,2 – 56,4	1,1	3,0	9,2
3	60	BS: 6,3 – 8,6 TR: 11,8 – 57,0	0,8	3,8	7,6
4	90	BS: 6,8 – 9,1 TR: 8,9 – 54,1	0,9	3,9	6,8

5	210	BS: 7,0 – 9,3 TR: 12,0 – 57,2	1,0	4,1	5,4
---	-----	----------------------------------	-----	-----	-----

Tab. 12-19: Dichtewerte von 30 % und 60 %igen Lösungen verschiedener Polyole bei unterschiedlichen Temperaturen (S. 71)

Dichte [g/cm ³]	TS [%]	T [°C]				
		20	25	40	55	70
Isomalt GM	29,1	k.A.	k.A.	1,1102	1,1025	1,0938
Isomalt ST	30,1	k.A.	k.A.	1,1148	1,1071	1,0985
	60,2	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	1,2432
Isomalt GS	30,1	1,1220	1,1206	1,1138	1,1057	1,0966
	60,6	k.A.	k.A.	k.A.	1,2531	1,2430
Xylit	30,2	1,1061	1,1052	1,0966	1,0887	1,0801
	60,0	1,2313	1,2284	1,2196	1,2094	1,1989
Maltit	30,2	1,1158	1,1223	1,1151	1,1074	1,0987
	60,3	1,2747	1,2721	1,2641	1,2552	1,2451
Sorbit	30,0	1,1132	1,1115	1,1039	1,0960	1,0870
	60,5	1,2480	1,2451	1,2366	1,2271	1,2166
Saccharose	30,1	1,1280	1,1265	1,1195	1,1118	1,1030
	60,0	1,2874	1,2850	1,2774	1,2682	1,2587

Tab. 12-20: Dynamische Viskosität von 30 % und 60 %igen Lösungen verschiedener Polyole bei unterschiedlichen Temperaturen (Ubbelohde-Messungen, S. 71)

dynamische Viskosität [mPas]	TS [%]	$\eta_{20\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{25\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{40\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{55\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{70\text{ °C}}$	STABW
Isomalt GM	29,1	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	2,06	0,01	1,47	0,01	1,09	0,01
Isomalt ST	30,1	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	2,17	0,00	1,64	0,01	1,18	0,02
	60,2	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	9,14	0,01
Isomalt GS	30,1	3,76	0,03	3,17	0,01	2,10	0,01	1,49	0,02	1,12	0,02
	60,6	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	15,03	0,02	8,78	0,02
Xylit	30,2	2,84	0,01	2,45	0,01	1,64	0,01	1,18	0,01	0,89	0,01
	60,0	23,23	0,01	18,13	0,02	9,36	0,00	5,67	0,02	3,66	0,02
Maltit	30,2	3,36	0,01	2,89	0,01	1,93	0,01	1,37	0,04	1,04	0,02
	60,3	58,63	0,05	43,77	0,04	21,13	0,04	11,76	0,01	7,16	0,01
Sorbit	30,0	3,03	0,01	2,59	0,02	1,73	0,00	1,24	0,01	0,94	0,01
	60,5	32,95	0,03	24,95	0,03	12,54	0,01	7,09	0,02	4,48	0,01
Saccharose	30,1	3,25	0,02	2,78	0,01	1,86	0,00	1,34	0,01	1,00	0,01
	60,0	59,55	0,02	44,41	0,06	21,10	0,01	11,77	0,01	7,28	0,01

Tab. 12-21: Temperaturabhängige Dichtewerte von gesättigten Kohlenhydratlösungen (S. 72)

T [°C]	Isomalt GM	Isomalt ST	Isomalt GS	Xylit	Maltit	Sorbit	Saccharose
	[g/cm ³]	[g/cm ³]	[g/cm ³]	[g/cm ³]	[g/cm ³]	[g/cm ³]	[g/cm ³]
25	1,0788	1,1183	1,2041	1,2574	1,2982	1,3171	1,3450
40	1,1141	1,1614	1,2477	1,2803	1,3083	1,3253	1,3437
55	1,1656	1,2254	1,2907	1,3169	1,3254	1,3539	1,3477
70	1,2140	1,2644	1,3193	1,3363	1,3453	1,3832	1,3606

Tab. 12-22: Scheinbare Viskosität von gesättigten Lösungen verschiedener Polyole und Saccharose bei unterschiedlichen Temperaturen (Ubbelohde-Messungen, S. 72)

scheinbare dynamische Viskosität [mPas]	$\eta_{sc,25\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{sc,40\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{sc,55\text{ °C}}$	STABW	$\eta_{sc,70\text{ °C}}$	STABW
Isomalt GM	1,8	0,2	1,9	0,2	4,4	0,2	4,7	0,2
Isomalt ST	2,6	0,1	3,5	0,2	5,7	0,1	12,0	0,1
Isomalt GS	8,8	0,1	16,9	0,2	27,6	0,3	49,2	0,2
Xylit	22,9	0,2	36,4	0,3	70,7	0,1	138,6	0,2
Maltit	50,8	0,1	51,0	0,2	53,8	0,5	72,5	0,2
Sorbit	113,9	0,3	129,8	0,5	241,4	0,3	848,7	17,0
Saccharose	135,4	0,5	86,4	0,4	70,3	0,1	59,7	0,2

Tab. 12-23: D-optimaler Versuchsplan mit Wechselwirkungen für Dragierungen und rheologische Untersuchungen mit Isomalt GS-Suspensionen und Zusätzen (40 °C; $TS_{Polyol} = 65,8\%$, S. 75)*

Versuchsnummer	Zusatz + c _{auf TS Polyol} [%]					Ergebnisse der Spannversuche		
	Ga	CMC	TW 60	Sp 70	TiO ₂	Quo- tient	Viskositätsverlauf	Fließindex
V-ZS-1	5	1	1	0,5	-	1,45	ansteigend/hoch	fallend
V-ZS-2	5	-	1	-	-	1,21	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-3	-	1	1	-	1	1,23	ansteigend/hoch	≈
V-ZS-4	5	1	-	-	1	1,18	ansteigend/hoch	≈
V-ZS-5	5	1	-	0,5	-	1,33	ansteigend/hoch	fallend
V-ZS-6	-	1	-	0,5	1	1,22	ansteigend/mittel	fallend
V-ZS-7	-	-	-	-	-	1,26	ansteigend/niedrig	≈
V-ZS-8	5	-	1	0,5	1	1,22	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-9	-	-	1	0,5	-	1,24	ansteigend/mittel	fallend
V-ZS-10	-	-	-	-	1	1,18	ansteigend/niedrig	≈
V-ZS-11	-	1	1	-	-	1,11	ansteigend/mittel	≈
V-ZS-12	-	-	1	-	1	1,82	ansteigend/niedrig	stark fallend
V-ZS-13	5	-	-	0,5	-	1,26	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-14	5	-	-	0,5	-	0,95	≈/niedrig	ansteigend
V-ZS-15	5	-	-	-	1	1,31	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-16	-	1	-	-	1	1,06	≈/niedrig	ansteigend
V-ZS-17	5	1	-	0,5	1	1,24	ansteigend/hoch	fallend
V-ZS-18	-	-	-	0,5	1	0,91	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-19	5	-	1	-	-	1,04	≈/niedrig	ansteigend
V-ZS-20	-	1	-	0,5	-	1,11	ansteigend/mittel	ansteigend
V-ZS-21	5	-	1	0,5	1	1,23	ansteigend/niedrig	≈

* Nur mit den grau markierten Versuchen wurde Dragiert und die rheologischen Messungen durchgeführt

Tab. 12-24: D-optimaler Versuchsplan für rheologische Messungen mit Isomalt ST- Suspensionen* (55 °C; $TS_{Polyol} = 65,8 \%$, S. 75)

Probenbezeichnung	Zusatzstoffmenge [%]					Ergebnisse der Spannversuche		
	Ga	CMC	TW 60	Sp 70	TiO ₂	Quotient	Viskositätsverlauf	Fließindex
V-ZS-1	5	1	1	0,5	-	1,39	ansteigend/hoch	≈ bis fallend
V-ZS-2	5	-	1	-	-	1,33	ansteigend/mittel	≈
V-ZS-3	-	1	1	-	1	1,23	ansteigend/mittel	≈ bis fallend
V-ZS-4	5	1	-	-	1	1,28	ansteigend/mittel	ansteigend
V-ZS-5	5	1	-	0,5	-	1,08	ansteigend/mittel	ansteigend
V-ZS-6	-	1	-	0,5	1	1,37	ansteigend/mittel	ansteigend
V-ZS-7	-	-	-	-	-	0,97	abfallend/mittel	ansteigend
V-ZS-8	5	-	1	0,5	1	1,05	ansteigend/niedrig	alternierend
V-ZS-9	-	-	1	0,5	-	1,74	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-10	-	-	-	-	1	1,55	ansteigend/niedrig	fallend
V-ZS-11	-	1	1	-	-	1,35	ansteigend/mittel	fallend
V-ZS-12	-	-	1	-	1	0,75	abfallend/niedrig	ansteigend
V-ZS-13	5	-	-	0,5	-	1,28	ansteigend/niedrig	≈
V-ZS-14	5	-	-	0,5	-	1,28	ansteigend/niedrig	≈
V-ZS-15	5	-	-	-	1	0,85	abfallend/mittel	≈ bis fallend
V-ZS-16	-	1	-	-	1	1,25	ansteigend/mittel	≈ bis fallend
V-ZS-17	5	1	-	0,5	1	1,32	ansteigend/mittel	≈ bis steigend
V-ZS-18	-	-	-	0,5	1	1,21	ansteigend/niedrig	ansteigend
V-ZS-19	5	-	1	-	-	1,15	ansteigend/niedrig	ansteigend
V-ZS-20	-	1	-	0,5	-	1,44	ansteigend/mittel	stark fallend
V-ZS-21	5	-	1	0,5	1	1,58	ansteigend/mittel	fallend

* Nur mit den grau markierten Versuchen wurde Dragiert und die rheologischen Messungen durchgeführt

Tab. 12-25: Rheologische Stoffdaten von Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen ($T = 55 \text{ °C}$, $t = 30 \text{ min}$ nach Herstellung (S. 76))

Versuchsbezeichnung	n	K [kg/ms ²⁻ⁿ]	R ²	A _{Hy} [Pas ⁻¹]	η _∞ [mPas]
V-ZS-1	0,895	0,620	0,999	17413,4	382,0
V-ZS-2	0,714	0,176	0,976	6856,1	47,3
V-ZS-3	0,906	0,347	1,000	10694,0	225,2
V-ZS-4	0,874	0,454	0,997	2597,6	254,1
V-ZS-5	0,880	0,388	0,994	3146,4	223,1
V-ZS-6	0,835	0,398	0,999	12941,2	185,9
V-ZS-7	0,708	0,065	0,980	1710,0	16,8
V-ZS-8	0,696	0,209	0,976	7305,5	51,6
V-ZS-9	0,935	0,018	0,989	397,7	13,6
V-ZS-10	0,762	0,049	0,984	1436,0	16,2
V-ZS-11	0,892	0,324	0,999	8234,2	197,0
V-ZS-12	0,857	0,033	0,995	1497,9	17,3
V-ZS-13	0,925	0,077	1,000	4470,6	54,6
V-ZS-14	0,953	0,051	1,000	573,6	41,5
V-ZS-15	0,752	0,225	0,981	8549,3	71,7
V-ZS-16	0,871	0,388	0,999	11495,7	213,9
V-ZS-17	0,910	0,490	0,999	15048,6	323,5
V-ZS-18	0,665	0,101	0,997	20198,2	21,6
V-ZS-19	0,690	0,192	0,974	5992,8	46,0
V-ZS-20	0,931	0,186	1,000	3082,1	135,0
V-ZS-21	0,746	0,156	0,985	5660,8	48,4

Tab. 12-26: Rheologische Stoffdaten von Isomalt ST-Suspensionen mit Zusätzen ($T = 55\text{ °C}$, $t = 210\text{ min}$ nach Herstellung (S. 76))

Versuchsbezeichnung	n	K [kg/ms ²⁻ⁿ]	R ²	A _{Hy} [Pas ⁻¹]	η _∞ [mPas]
V-ZS-1	0,873	0,863	0,996	28322,4	480,8
V-ZS-2	0,717	0,234	0,972	13067,1	63,7
V-ZS-3	0,889	0,428	0,998	16472,3	256,7
V-ZS-4	0,901	0,582	0,999	12974,4	369,1
V-ZS-5	0,938	0,420	1,000	11384,3	315,5
V-ZS-6	0,852	0,544	0,993	19939,5	275,5
V-ZS-7	0,771	0,059	0,981	2716,2	20,7
V-ZS-8	0,723	0,219	0,968	12409,0	61,2
V-ZS-9	0,858	0,032	0,991	1671,5	16,6
V-ZS-10	0,719	0,075	0,969	3017,3	20,7
V-ZS-11	0,864	0,437	0,994	9910,6	233,7
V-ZS-12	0,894	0,025	0,995	609,09 ?	15,4
V-ZS-13	0,923	0,099	1,000	6646,7	69,3
V-ZS-14	0,954	0,066	1,000	4607,9	53,1
V-ZS-15	0,743	0,191	0,971	9426,7	58,5
V-ZS-16	0,865	0,487	0,996	14400,6	260,9
V-ZS-17	0,919	0,645	0,999	27695,3	444,0
V-ZS-18	0,716	0,123	0,997	22755,7	33,2
V-ZS-19	0,720	0,220	0,971	11247,8	60,7
V-ZS-20	0,268	0,268	1,000	8897,4	9,2
V-ZS-21	0,703	0,246	0,959	11185,4	62,6

Tab. 12-27: Rheologische Stoffdaten von Isomalt GS-Suspensionen mit Zusätzen ($T = 40\text{ °C}$, $t = 30\text{ min}$ nach Herstellung (S. 76))

Versuchsbezeichnung	n	K [kg/ms ²⁻ⁿ]	R ²	A _{Hy} [Pas ⁻¹]	η _∞ [mPas]
V-ZS-1	0,888	2,657	0,992	28.981,5	1589,2
V-ZS-2	0,969	0,224	0,999	3.439,4	194,5
V-ZS-3	0,879	3,016	0,988	35.624,2	1734,6
V-ZS-4	0,900	2,161	0,993	25.303,0	1363,9
V-ZS-5	0,982	2,463	0,991	24.915,1	1495,1
V-ZS-6	0,883	1,383	0,993	4.166,6	804,8
V-ZS-7	0,966	0,049	0,999	482,9	42,3
V-ZS-8	0,979	0,06	0,999	819,8	54,6
V-ZS-9	0,943	0,256	0,998	2.685,8	196,5
V-ZS-10	0,956	0,063	0,999	1.357,0	51,2
V-ZS-11	0,899	1,332	0,986	4.200,5	836,1
V-ZS-12	0,975	0,060	0,999	1.034,8	53,5
V-ZS-13	0,934	0,306	0,999	4.945,8	225,9
V-ZS-14	0,909	0,263	0,996	4.966,6	173,2
V-ZS-15	1,000	0,188	0,999	2.269,2	188,3
V-ZS-16	0,939	0,085	0,998	1.589,5	64,3
V-ZS-17	0,878	3,119	0,991	41.592,9	1778,3
V-ZS-18	0,939	0,796	0,999	3.143,2	603,0
V-ZS-19	0,933	0,241	0,995	2.363,4	176,8
V-ZS-20	0,944	0,907	0,993	1.357,1	701,9
V-ZS-21	0,941	0,266	0,997	3.897,6	203,3

Tab. 12-28: Rheologische Stoffdaten von Isomalt GS-Suspensionen mit Zusätzen ($T = 40\text{ °C}$, $t = 210\text{ min}$ nach Herstellung (S. 76)

Versuchsbezeichnung	n	K [kg/ms^{2-n}]	R^2	A_{Hy} [Pa s^{-1}]	η_{∞} [mPas]
V-ZS-1	0,868	3,86	0,992	70171,1	2105,8
V-ZS-2	0,958	0,27	0,999	2247,0	223,1
V-ZS-3	0,880	3,71	0,990	99903,3	2136,8
V-ZS-4	0,901	2,55	0,993	56956,1	1612,3
V-ZS-5	0,878	3,29	0,991	58380,3	1875,2
V-ZS-6	0,873	1,69	0,992	10948,2	937,6
V-ZS-7	0,970	0,06	1,000	2780,9	54,5
V-ZS-8	0,958	0,07	1,000	2800,4	60,7
V-ZS-9	0,675	0,03	0,958	4235,3	6,3
V-ZS-10	0,959	0,07	0,999	4301,3	61,3
V-ZS-11	0,902	1,48	0,988	11015,7	943,6
V-ZS-12	0,828	0,11	0,973	3717,6	49,5
V-ZS-13	0,909	0,39	0,997	6860,7	253,5
V-ZS-14	0,969	0,25	1,000	7162,0	216,7
V-ZS-15	0,956	0,25	0,999	9834,0	200,6
V-ZS-16	0,977	0,09	1,000	4385,6	81,3
V-ZS-17	0,845	3,87	0,988	125158,5	1892,6
V-ZS-18	0,929	0,11	1,000	7536,2	81,8
V-ZS-19	0,975	0,25	1,000	10289,6	222,7
V-ZS-20	0,983	1,01	0,986	11335,4	932,0
V-ZS-21	0,941	0,33	0,998	14501,5	249,8

Tab. 12-29: Anteil der einzelnen Zusätze auf die Beeinflussung von rheologischen Kenndaten (S. 78)

	Isomalt GS		Isomalt ST			
	η [mPas]	K [kg/ms^{2-n}]	η [mPas]	K [kg/ms^{2-n}]	n [-]	E_A [kJ/kmol]
Ga	53,3	57,7	10,8	9,3	14,0	23,9
CMC (Blanose)	76,1	85,1	92,0	73,5	9,2	30,4
TW 60	39,3	39,7	1,6	3,9	1,9	13,0
Sp 70	12,4	7,7	-	7,8	51,5	16,4
TiO ₂	0,02	28,4	-	2,7	56,9	45,6

Tab. 12-30: Regressionsdaten von abkühlenden Dragiermedien über eine Exponentialfunktion (S. 82)

Bezeichnung	TS [%]	C	Ko	R^2
Isomalt ST	65	583,2	-0,0398	0,999
Isomalt GS	65	2383,8	-0,0715	0,996
Isomalt GS	70	1747,9	-0,0480	0,998
Maltit	65	476,6	-0,0397	0,986
Maltit	70	1219,5	-0,0427	0,999

Tab. 12-31: Kenndaten zur Charakterisierung des mikrorheologischen Verhaltens von Polyol-Systemen (S. 82)

Bezeichnung	T_b [°C]	T_e [°C]	G'_b [Pa]	G'_e [Pa]	G''_b [Pa]	G''_e [Pa]	G'_{\max} [Pa]
Isomalt ST-Lsg.-70	74,7	5,1	0,64	8920	1,20	182,00	16700
Isomalt ST-Lsg.-65	66,3	3,7	0,36	4010	1,53	239,00	12728
Isomalt ST-Sus.-65	69,9	11,7	0,36	10500	0,74	4,58	17300
Isomalt GS-Sus.-65	49,8	3,9	22,10	9170	19,10	61,20	9750

Tab. 12-32: Kenndaten mikrorheologischer Untersuchungen von Isomalt GS-Suspensionen mit Zusatzstoffen bei 40 °C (S. 86)

Bezeichnung	Verhalten G''/G'	Verhalten $\tan(\delta)$ / Niveau	T_1 [°C]	T_2 [°C]	T_3 [°C]	[Pa _{max}]
V-ZS-1	$G'' > G'$, ab 28 °C wieder $G'' > G'$	wieder ansteigend ab 29 °C/ niedrig	↓	35	-	≈ 100
V-ZS-2	$G'' > G'$, stetig ansteigend	auf 0°	↓	-	-	≈ 10
V-ZS-3	$G'' > G'$, ansteigend	auf 0°	↓	-	30	≈ 20000
V-ZS-4	$G'' > G'$, zueinander ansteigend	auf 1,5°	↓	-	-	≈ 150
V-ZS-5	$G'' > G'$, zueinander ansteigend	auf 1,8°	↓	-	-	≈ 100
V-ZS-6	$G'' > G'$, parallel ansteigend	gleichbleibend ≈ 2°	-	-	-	≈ 80
V-ZS-7	$G'' > G'$ bis 25°C, dann G'' steil	ab 25 °C ansteigend	-	-	-	< 10
V-ZS-8	$G'' > G'$, parallel ansteigend	≈ 3°	↓	-	-	≈ 5
V-ZS-9	$G'' > G'$, G'' ganz steil ansteigend	leicht ansteigend	-	-	-	≈ 22
V-ZS-10	$G'' > G'$, G'' ganz steil ansteigend	leicht ansteigend	-	-	-	≈ 4
V-ZS-11	$G'' > G'$, G'' steiler ansteigend	auf 2°	↓	-	-	≈ 45
V-ZS-12	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.	k.A.
V-ZS-13	$G'' > G'$, G'' steiler ansteigend	alternierend 2,5° ± 1	-	-	-	≈ 20
V-ZS-14	$G'' > G'$, G'' steiler ansteigend	steil ansteigend, 1° auf 3°	-	-	-	≈ 20
V-ZS-15	$G'' > G'$, G'' ganz steil ansteigend	ansteigend	-	-	-	≈ 16
V-ZS-16	$G'' > G'$, G'' ganz steil ansteigend	stark alternierend, Tendenz gleich	-	-	-	≈ 6
V-ZS-17	$G'' > G'$	auf 0°	↓	36	27	≈ 10000
V-ZS-18	$G'' > G'$, G'' steil ansteigend	ansteigend	-	-	-	≈ 3
V-ZS-19	$G'' > G'$, G'' steil ansteigend	ansteigend	-	-	-	≈ 14
V-ZS-20	$G'' > G'$, G'' steiler ansteigend	ansteigend	↓	-	-	≈ 65
V-ZS-21	$G'' > G'$ bis 20 °C	von 13° auf 3°	↓	-	-	≈ 5

Tab. 12-33: Kenndaten mikrorheologischer Untersuchungen von Isomalt ST-Suspensionen mit Zusatzstoffen bei 55 °C (S. 86)

Bezeichnung	Verhalten G'' / G'	Verhalten $\tan(\delta)$ / Niveau	T_1 [°C]	T_2 [°C]	T_3 [°C]	[Pa _{max}]
V-ZS-9	$G'' > G'$	< 1°	↓	55	-	≈ 10000
V-ZS-10	$G'' > G'$, Tendenz ansteigend	Tendenz fallend	-	-	-	≈ 100
V-ZS-11	$G'' > G'$, parallel	fallend von 6° auf 2°	-	-	-	≈ 100
V-ZS-13	$G'' > G'$	exponential fallend	↓	45	-	≈ 900
V-ZS-19	$G'' > G'$, G' steiler ansteigend	langsam fallend von 8° auf 2,5°	↓	-	-	≈ 100
V-ZS-20	$G'' > G'$	exponential fallend von 8° auf 0°	↓	39	-	≈ 1000
V-ZS-19	$G'' > G'$	exponential fallend von 4° auf 0,5°	↓	35	-	≈ 1000
V-ZS-20	$G'' > G'$	exponential fallend von 2,5° auf 0,5	-	45	-	≈ 1000

Tab. 12-34: Daten von abkühlenden Dragiermedien (Dichte, TS und scheinbare Viskosität, S. 87)

Polyol	Isomalt ST - Lösung			Isomalt GS - Lösung						Maltit - Lösung					
TS [%]	65			65			70			65			70		
	η_s	ρ	t	η_s	ρ	t	η_s	ρ	t	η_s	ρ	t	η_s	ρ	t
T [°C]	[mPas]	[g/cm ³]	[min]	[mPas]	[g/cm ³]	[min]	[mPas]	[g/cm ³]	[min]	[mPas]	[g/cm ³]	[min]	[mPas]	[g/cm ³]	[min]
70	35,9	1,2831	0,0	15,8 ¹	1,2848	-	58,7	1,3131	0,0	32,1 ¹	1,2874	-	60,7	1,3137	0,0
65	43,9		11,3	21,9 ¹		-	77,6		12,5	35,1 ¹		-	76,4		11,9
60	53,7		23,4	32,5		0,0	100,7		27,0	41,6		0,0	95,2		25,5
55	64,7		36,6	50,3		20,0	127,1		42,8	50,7		11,4	116,3		40,5
50	78,7		51,6	70,6		43,3	159,2		61,0	65,0		30,2	141,8		58,8
45	96,3		69,0	95,4		72,2	198,9		82,2	81,0		52,5	174,1		79,8
40	120,2	1,3029	90,5	128,5	1,3039	111,7	252,9	1,3313	109,2	101,2	1,2965	82,7	225,6	1,3325	113,0

Tab. 12-35: Zusammenfassung der Oberflächenspannung und deren Verringerung innerhalb von 5 min von Lösungen und Suspensionen (S. 96)

Zuckeralkohol	T [°C]	FS _{ber.} [%]	σ [mN/m]	Verringerung σ [%]	Dichte [g/cm ³]
Isomalt GM	25	0	68,9 ± 0,3	0,3	1,0225
		10	69,2 ± 0,1	4,5	1,0432
		20	68,8 ± 0,1	4,9	1,0462
	40	0	73,0 ± 0,3	-0,7	1,1252
		10	71,2 ± 0,2	5,3	1,1477
		20	71,4 ± 0,1	5,1	1,1642
	55	0	73,2 ± 0,1	1,4	1,1701
		20	68,7 ± 0,1	0,4	1,2091
	70	0	71,9 ± 0,1	6,5	1,2336
		10	72,0 ± 0,1	2,0	1,2460
		20	68,5 ± 0,0	1,0	1,2643
Isomalt ST	25	0	70,6 ± 0,5	0,2	1,0528
		10	70,4 ± 0,3	1,2	1,0580
		20	70,8 ± 0,2	1,2	1,0639
	40	0	72,8 ± 0,2	0,6	1,1675
		10	n.m.	n.m.	n.m.
		20	74,6 ± 0,1	0,9	1,2049
	55	0	73,9 ± 0,1	2,0	1,2208
		10	73,4 ± 0,1	1,2	1,2485
		20	75,0 ± 0,1	1,0	1,2764
	70	0	72,8 ± 0,1	6,6	1,2729
		10	73,7 ± 0,8	6,4	1,3111
		20	73,1 ± 0,1	4,8	1,3365
Isomalt GS	25	0	70,9 ± 0,1	0,3	1,0879
		10	71,4 ± 0,1	0,5	1,0981
		20	70,6 ± 0,1	0,0	1,1021
	40	0	76,1 ± 0,1	2,0	1,2369
		10	75,5 ± 0,1	0,7	1,2505
		20	79,1 ± 0,1	0,8	1,281
	55	0	77,0 ± 0,3	3,5	1,2938
		10	73,6 ± 0,1	2,9	1,2948
		20	78,3 ± 0,1	2,1	1,3323
	70	0	75,3 ± 0,1	5,5	1,3283
		10	75,7 ± 0,1	4,9	1,3378
		20	73,0 ± 0,1	4,7	1,3446

Zuckeralkohol	T [°C]	FS _{ber.} [%]	σ [mN/m]	Verringerung σ [%]	Dichte [g/cm ³]
Maltit	25	0	71,4 ± 0,1	1,1	1,1242
		10	67,4 ± 0,1	2,4	1,1293
		20	66,6 ± 0,2	6,3	1,1383
	40	0	76,3 ± 0,1	1,1	1,2673
		10	76,0 ± 0,2	3,4	1,3009
		20	75,7 ± 0,1	3,1	1,3158
	55	0	78,0 ± 0,1	3,3	1,3264
		10	76,9 ± 0,1	3,6	1,3430
		20	n.m.	n.m.	n.m.
	70	0	76,2 ± 0,1	5,2	1,3402
		10	75,0 ± 0,1	4,4	1,3653
		20	72,6 ± 0,1	1,1	1,3707
Xylit	25	0	70,0 ± 0,2	0,6	1,1058
		10	70,4 ± 0,7	0,9	1,1068
		20	70,8 ± 0,2	0,0	1,1074
	40	0	78,2 ± 0,1	1,5	1,2764
		10	79,1 ± 0,1	1,2	1,2920
		20	n.m.	n.m.	n.m.
	55	0	85,8 ± 0,1	1,8	1,4457
Sorbit	25	0	71,5 ± 0,1	0,6	1,1315
	40	0	79,9 ± 0,1	1,3	1,3210
	55	0	80,3 ± 0,1	3,1	1,3454
	70	0	76,0 ± 0,1	4,3	1,3861
Saccharose	25	0	67,9 ± 0,1	0,4	1,1437
		10	66,8 ± 0,1	1,8	1,1477
		20	66,6 ± 0,1	2,5	1,1529
	40	0	76,9 ± 0,1	3,2	1,3318
		10	75,3 ± 0,1	2,6	1,3432
		20	73,4 ± 0,1	1,9	1,3521
	55	0	75,1 ± 0,1	4,9	1,3495
		10	75,8 ± 0,1	4,6	1,3607
		20	73,9 ± 0,1	3,4	1,3719
	70	0	72,9 ± 0,1	5,1	1,3598
		10	74,0 ± 0,1	4,9	1,3699
		20	70,6 ± 0,1	3,2	1,3809

Tab. 12-36: Zusammenfassung der Oberflächenspannung und deren Verringerung innerhalb von 5 min von Lösungen und Suspensionen mit Isomalt ST-Suspensionen und Zusätzen (S. 99)

ZS	T [°C]	Menge Zusatz [%]	σ [mN/m]	Verringerung σ [%]	Verlauf	Zeitabhängige Aktivität (180 min)
TiO ₂	25	0,3	73,1 ± 0,2	0,7	linear	geringere Oberflächenspannung
		1,0	72,8 ± 0,1	0,5	linear	nein
	50	0,3	72,3 ± 0,2	1,5	linear	nein
		1,0	72,4 ± 0,3	1,0	linear	nein
	70	0,3	71,7 ± 0,3	5,7	linear	nein
mod. St	25	1	74,6 ± 0,2	0,3	linear	nein
		5	75,1 ± 0,1	0,8	linear	nein
	50	1	75,8 ± 0,2	1,6	linear	nein
		5	77,6 ± 0,1	1,2	linear	nein

ZS	T [°C]	Menge Zusatz [%]	σ [mN/m]	Verringe- rung σ [%]	Verlauf	Zeitabhängige Aktivität (180 min)
Xa	25	0,05	$67,5 \pm 0,5$	0,2	linear	nein
		0,3	$75,2 \pm 0,0$	0,7	linear	höhere Oberflächenspannung, weniger Verringerung
	50	0,05	$73,7 \pm 0,1$	0,2	linear	nein
		0,3	$73,9 \pm 0,1$	0,3	linear	nein
	70	0,05	$71,9 \pm 0,1$	2,9	linear	nein
CMC	25	0,33	$74,1 \pm 0,2$	0,7	linear	Ja, höhere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
		1,0	$66,8 \pm 0,2$	0,5	linear	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	50	0,33	$74,1 \pm 0,1$	1,2	linear	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
		1,0	$73,3 \pm 0,1$	0,6	linear	Ja, höhere Oberflächenspannung, höhere Veränderung
	70	0,33	$71,2 \pm 0,0$	4,0	potentiell	Ja, höhere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
Ga	25	1	$63,7 \pm 0,4$	6,2	linear	nein
		5	$65,3 \pm 0,4$	17,4	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	50	1	$73,4 \pm 0,1$	4,9	linear	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
		5	$70,7 \pm 0,1$	20,5	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	70	1	$72,8 \pm 0,3$	8,0	linear	Ja, höhere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
MC	25	0,3	$53,0 \pm 1,0$	6,9	potentiell	nein
		1,0	$56,0 \pm 0,3$	8,7	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	50	0,3	$70,5 \pm 0,2$	21,6	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
		1,0	$58,0 \pm 0,2$	13,2	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	70	0,3	$64,7 \pm 0,3$	10,8	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, größere Veränderung
Sp 70	25	0,05	$46,3 \pm 1,8$	22,6	potentiell	nein
		0,3	$38,6 \pm 0,5$	7,1	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	50	0,05	$68,3 \pm 1,6$	51,8	potentiell	nein
TW 60	25	0,33	$43,2 \pm 0,4$	7,3	potentiell	nein
		1	$42,9 \pm 1,1$	5,9	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
	50	0,33	$58,2 \pm 1,0$	29,8	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung
		1,0	$41,7 \pm 0,3$	5,3	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, größere Veränderung, Messung nur bis 180 s
	70	0,33	$57,0 \pm 0,2$	27,4	potentiell	Ja, geringere Oberflächenspannung, kleinere Veränderung, Messung nur bis 180 s

Tab. 12-37: Dragierprogramm des Kerns K_{Pellet} mit Isomalt GS- und Isomalt ST-Lösungen (S. 106)

Phase	K_{Pellet}									
	Isomalt GS					Isomalt ST				
	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]
1	1	0,0	60	0	1	1	0,0	60	0	1
2	1	127,0	300	90	6,5	1	128,0	300	90	6,5
3	4	70,0	127,5	60	12,5	4	74,0	165	60	15
4	5	95,6	150	72	18,5	5	98,2	150	72	18,5
5	2	75,0	120	60	6	2	83,5	120	60	6
6	10	113,3	154,8	78	38,8	9	116,8	164	72	35,4
7	20	149,9	169,8	60	76,6	18	149,3	202,7	47,3	75
8	3	70,7	132	48	9	3	74,3	162	48	10,5
9	3	55,0	60	240	15	3	51,7	60	240	15
10	1	0,0	600	0	10	1	0,0	600	0	10
11	2	23,5	150	120	9	2	24,5	150	120	9
12	1	0,0	0	600	10	1	0,0	0	600	10
13	1	0,0	600	0	10	1	0,0	600	0	10
Summe	54	5589			222,9	51	5247			221,9

Tab. 12-38: Dragierprogramm des Kerns $K_{\text{elliptisch}}$ mit Isomalt GS- und Isomalt ST-Lösung (S. 106)

Phase	$K_{\text{elliptisch}}$									
	Isomalt GS					Isomalt ST				
	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]
1	1	0	60	0	1	1	0	60	0	1
2	1	118	218,6	60	4,643	1	118	300	60	6
3	7	85,7	183,8	60	28,44	7	85,7	227,1	60	33,495
4	8	96	210	30	32	8	96	183,9	30	28,513
5	2	78	150	48	6,6	2	78	150	48	6,6
6	10	116,6	150	48	33	10	116,6	150	48	33
7	11	145	172,9	30	37,2	11	145	170,7	30	36,795
8	5	72	138	30	14	5	72	138	30	14
9	3	60	96	240	16,8	3	60	96	240	16,8
10	1	0	600	0	10	1	0	600	0	10
11	2	27	90	120	7	2	27	90	120	7
12	1	0	0	600	10	1	0	0	600	10
13	1	0	600	0	10	1	0	600	0	10
Summe	53	4997			210,7	53	4997			213,2

Tab. 12-39: Dragierprogramm des Kerns K_{flach} mit Isomalt GS- und Isomalt ST-Lösung (S. 106)

Phase	K_{flach}									
	Isomalt GS					Isomalt ST				
	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]
1	1	0,0	60	0	1	1	0,0	60	0	1
2	1	110,0	300	60	6	1	112,0	300	60	6
3	7	82,7	218,6	60	32,5	7	84,7	222,9	60	33,005
4	8	96,9	202,5	30	31	8	96,0	180	30	28
5	2	75,0	150	48	6,6	2	78,0	150	48	6,6
6	11	112,9	180	48	41,8	11	114,5	161,5	48	38,408
7	15	148,2	188	30	54,5	13	149,1	192	30	48,1
8	3	73,3	108	36	7,2	5	73,2	138	30	14
9	2	52,0	72	240	10,4	3	54,0	96	240	16,8
10	1	0,0	600	0	10	1	0,0	600	0	10
11	2	23,0	90	120	7	2	24,0	90	120	7
12	1	0,0	0	600	10	1	0,0	0	600	10
13	1	0,0	600	0	10	1	0,0	600	0	10
Summe	55	5449			228	56	5403			228,91

Tab. 12-40: Dragierprogramm des Kerns K_{eben} mit Isomalt GS und Isomalt ST (S. 106)

Phase	K_{eben}									
	Isomalt GS					Isomalt ST				
	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]	Zyklus- zahl	m_{EA} [g]	$t_{\text{Tr.}}$ [s]	$t_{\text{Vt.}}$ [s]	t_{Phase} [min]
1	1	0	60	0	1	1	0	60	0	1
2	1	110	300	60	6	1	112	300	60	6
3	7	77,71	197,1	48	28,6	7	80,71	167,1	48	25,095
4	6	91,83	180	30	21	6	92,17	180	30	21
5	2	79,5	150	48	6,6	2	75	150	48	6,6
6	7	114	178,3	48	26,4	7	111,7	160,3	48	24,302
7	20	148	192,3	30	74,1	17	149	198	30	64,6
8	3	71,33	132	30	8,1	4	70,75	138	30	11,2
9	3	55	96	240	16,8	3	53	96	240	16,8
10	1	0	600	0	10	1	0	600	0	10
11	2	22	90	120	7	2	23,5	90	120	7
12	1	0	0	600	10	1	0	0	600	10
13	1	0	600	0	10	1	0	600	0	10
Summe	55	5545			225,6	53	5184			213,6

Tab. 12-41: Analysen- und Prozeßdaten zum Thema Kerneinfluß (S. 106)

Kern	Polyol	Glycerin	Endprodukt	Dragierzeit t_{tat}	Dragierzeit $t_{33\%}$	Dragierzeit $t_{800\text{ }\mu\text{m}}$ Schichtdicke	Decken- anteil	Wasser- gehalt Kern	Wasser- gehalt Decke
		[%]	[%]	[min]	[min]	[min]	[%]	[%]	[%]
K _{Pellet}	Isomalt ST	2,40	85,9	221,9	230,7	239,9	31,6	2,20	7,10
K _{elliptisch}		1,90	94,3	213,2	204,9	266,9	34,7	2,10	6,30
K _{flach}		0,00	99,3	228,9	229,8	288,2	32,9	1,70	7,70
K _{eben}		0,10	96,9	213,6	204,8	304,2	34,6	1,80	7,60
K _{Pellet}	Isomalt GS	2,40	94,3	222,9	218,4	229,2	33,8	1,60	5,50
K _{elliptisch}		1,90	94,8	210,7	202,2	257,6	34,8	2,30	3,90
K _{flach}		0,00	100,0	228,0	222,2	310,9	34,2	1,80	5,00
K _{eben}		0,10	98,3	225,6	228,2	298,9	32,4	1,80	4,00
K _{elliptisch}	Maltit	1,90	98,0	241,8	236,9	304,0	33,8	2,1	1,8
K _{flach}		0,00	99,3	282,5	287,0	364,3	32,2	1,6	1,3
K _{elliptisch}	Saccharose	1,90	99,5	211,8	212,0	264,7	33,0	1,6	1,6
K _{flach}		0,00	98,9	210,7	210,2	267,0	33,1	1,5	1,3

Tab. 12-42: Human und instrumentelle Sensorikdaten zum Thema Kerneinfluß (S. 107)

Kern	Polyol	Crunch- Zahl	Kau- arbeit	Decken- härte	Elasti- zität	Knusprig- keit	Kern- härte	Knusprig- keit	Laut- stärke	Bruchver- halten	Decken- härte	sen. Bewertung	Ausse- hen
		CZ	KA	DH	E	tKN	KH	KN	LA	BV	sen. DH	SG	-
		[-]	[Nm]	[N]	[N/mm ²]	[-]	[N]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]	[-]
K _{Pellet}	Isomalt ST	4,9	572,1	29,6	6,4	30,4	14,0	5,5	5,0	6,0	5,0	5,3	5,5
K _{elliptisch}		4,7	630,7	31,5	7,1	27,7	16,5	6,0	6,0	5,5	6,0	5,9	5,0
K _{flach}		3,4	482,1	21,9	5,5	20,9	15,2	3,5	3,5	4,0	5,5	3,9	3,0
K _{eben}		4,7	370,8	21,1	5,3	24,9	9,8	4,0	4,0	5,0	4,5	4,3	3,5
K _{Pellet}	Isomalt GS	6,2	593,3	29,4	5,2	27,4	14,3	6,0	6,0	5,5	6,0	5,9	6,0
K _{elliptisch}		3,8	661,4	33,7	6,9	27,1	18,4	5,5	5,5	4,0	6,5	5,4	5,0
K _{flach}		4,2	519,3	25,3	5,6	22,5	16,9	4,0	4,0	5,0	5,0	4,3	4,0
K _{eben}		5,1	434,2	22,7	5,6	26,2	12,2	5,0	4,0	5,0	4,0	4,5	2,0
K _{elliptisch}	Maltit	6,9	582,9	26,2	7,8	36,1	19,2	5,5	6,0	3,0	7,0	5,5	1,0
K _{flach}		4,3	454,8	19,1	7,2	24,2	15,7	4,5	4,0	3,5	4,5	4,2	1,0
K _{elliptisch}	Saccharose	4,4	595,2	31,1	8,3	30,1	18,6	6,5	6,0	4,0	6,0	5,8	7,5
K _{flach}		4,8	497,2	24,7	7,1	23,4	16,9	4,5	5,0	3,5	5,0	4,6	6,0

Tab. 12-43: Programme für Maltitdragierungen auf zwei verschiedenen Kernen (S. 112)

Phase	Maltit-Lsg. (Kflach)					Maltit-Lsg. (Kelliptisch)				
	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase}	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase}
		[g]	[s]	[s]	[min]		[g]	[s]	[s]	[min]
1	1	0,0	60,0	0,0	1	1	0,0	60,0	0	1
2	1	110,0	360,0	90,0	8	1	82,0	300,0	60	6
3	7	83,7	252,5	60,0	36	7	82,4	222,9	30	29,5
4	8	95,4	150,0	109,5	35	8	98,7	180,0	54	31,2
5	2	78,0	120,0	120,0	8	3	79,3	130,0	60	9,5
6	11	113,6	120,0	218,2	62	11	112,8	106,9	92,7	36,6
7	13	142,5	131,1	150,0	61	16	177,0	131,3	120	67
8	7	51,3	60,0	240,0	35	5	53,2	60,0	240	25
9	1	0,0	600,0	0,0	10	1	0,0	600,0	0	10
10	2	22,5	90,0	120,0	7	2	23,0	60,0	120	6
11	1	0,0	0,0	600,0	10	1	0,0	0,0	600	10
12	1	0,0	600,0	0,0	10	1	0,0	600,0	0	10
13										
14										
Summe	55	5121			282	57	6071			242

Tab. 12-44: Programme für Saccharosetdragierungen auf zwei verschiedenen Kernen (S. 112)

Phase	Saccharose-Lsg. (Kflach)					Saccharose-Lsg. (Kelliptisch)				
	Zykle n- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase}	Zykle n- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase}
		[g]	[s]	[s]	[min]		[g]	[s]	[s]	[min]
1	1	0,0	60,0	0	1	1	0,0	60,0	0	1
2	1	111,0	240,0	60	5	1	111,0	240,0	60	5
3	7	80,6	180,0	60	28	7	81,4	137,1	60	22,995
4	8	99,9	180,0	30	28	8	99,0	144,0	30	23,2
5	2	82,0	120,0	48	5,6	2	79,0	120,0	48	5,6
6	10	116,4	151,2	48	33,2	11	112,5	150,0	48	36,3
7	14	145,9	158,6	30	44,0	15	143,5	147,6	30	44,4
8	5	74,4	148,8	30	14,9	5	71,8	117,6	30	12,3
9	3	60,0	60,0	240	15	5	55,4	60,0	240	25
10	1	0,0	600,0	0	10	1	0,0	600,0	0	10
11	2	24,0	60,0	120	6	2	23,0	60,0	120	6
12	1	0,0	0,0	600	10	1	0,0	0,0	600	10
13	1	0,0	600,0	0	10	1	0,0	600,0	0	10
14										
Summe	55	5445			211	59	5703			212

Tab. 12-45: Programme für Suspensionsdragierungen (S. 112)

Phase	Isomalt GS-Susp.					Isomalt ST-Susp.					Maltit-Susp.				
	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase}	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase}	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	t _{Phase} e
		[g]	[s]	[s]	[min]		[g]	[s]	[s]	[min]		[g]	[s]	[s]	[min]
1	1	0,0	60,0	0	1	1	0,0	60,0	0	1	1	0,0	60,0	0	1
2	1	117,0	300,0	60	6	1	120,0	300,0	60	6	4	81,5	172,5	90	18
3	7	86,0	197,1	60	30	7	85,7	197,1	60	30	4	92,3	123,0	90	14
4	8	98,5	210,0	30	32	8	96,0	180,0	30	28	7	109,4	121,7	72	23
5	2	78,0	150,0	48	6,6	2	73,0	150,0	48	6,6	3	78,0	90,0	72	8,1
6	11	110,2	180,0	48	41,8	11	114,5	150,0	44,7	35,7	3	121,3	108,0	90	9,9
7	15	144,9	143,2	30	43,3	13	144,5	180,0	30	45,5	3	122,3	102,0	90	9,6
8	5	73,8	108,0	30	11,5	5	74,4	138,0	30	14	20	140,4	138,0	66,9	68
9	5	51,2	72,0	240	26	3	54,0	90,0	240	16,5	4	70,3	78,0	300	25
10	1	0,0	600,0	0	10	1	0,0	600,0	0	10	4	25,5	72,0	180	17
11	2	22,5	90,0	120	7	2	24,0	90,0	120	7	1	0,0	600,0	0	10
12	1	0,0	0,0	600	10	1	0,0	0,0	600	10	2	25,5	60,0	120	6
13	1	0,0	600,0	0	10	1	0,0	600,0	0	10	1	0,0	0,0	600	10
14											1	0,0	600,0	0	10
Summe	60	5719			235	56	5354			220	58	5667			229

Tab. 12-46: Ergebnisse der Dragierungen mit Lösungen und Suspensionen unterschiedlicher Polyole (S. 114)

	GS-Lsg. (65%)	ST-Lsg. (65%)	Maltit-Lsg. (70%)	Sac.-Lsg. (70%)	GS-Sus. (65%)	ST-Sus. (65%)	Maltit-Sus. (70%)
Aussehen	2,0	2,5	1,0	6,0	5,0	6,0	6,0
Knusprigkeit <i>KN</i>	4,0	3,5	4,5	4,5	5,0	5,0	4,3
Lautstärke <i>LA</i>	4,0	3,5	4,0	5,0	4,5	4,5	3,7
Bruchverhalten <i>BV</i>	5,0	4,0	3,5	3,5	4,5	5,0	4,7
Deckenhärte <i>sen. DH</i>	5,0	5,5	4,5	5,0	4,5	4,5	5,0
sen.Gesamtwert <i>SG</i>	4,3	3,9	4,2	4,6	4,7	4,8	4,3
Crunch-Zahl <i>CZ</i>	3,9	3,4	4,4	5,1	5,6	6,2	7,1
Deckenhärte <i>DH</i> [N]	25,1	22,0	19,0	24,7	27,2	23,7	24,8
Kernhärte <i>KH</i> [N]	16,9	15,2	15,5	16,9	17,7	17,3	20,7
Kauarbeit <i>KA</i> [Nm]	515,3	480,1	449,0	497,2	561,0	524,6	615,9
Elastizität <i>E</i> [N/mm ²]	5,6	5,5	7,1	7,1	6,6	6,2	7,2
Knusprigkeit <i>tKN</i>	22,8	20,9	24,1	23,4	26,1	26,4	24,2
Wassergehalt Kern [%]	1,8	1,7	1,6	1,5	1,6	2,0	2,5
a _w -Wert	0,7	0,7	0,6	0,7	0,7	0,7	0,6
v _{tat.} [µm/min]	2,8	2,8	1,9	2,9	3,4	3,3	2,8
t _{800 µm} [min]	288,2	310,9	351,0	267,0	270,0	289,9	304,6

Tab. 12-47: Daten der statistischen Auswertung zum Thema Einfluß verschiedener Polyole und Kerntypen (S. 114)

	KA	HD	E	HK	KN	LA	SB	Aussehen
R ²	0,985	0,976	0,922	0,967	0,794	0,82	0,90	0,946
Adj.-R ²	0,967	0,946	0,827	0,926	0,717	0,75	0,863	0,88
RMS	15,75	1,09	0,438	0,749	0,5	0,484	0,278	0,72
Residual	5	5	5	5	8	8	8	5
Optimum	555,5	29,3	7,2	15,2	5,8	5,5	5,6	8

Tab. 12-48: Programme der Dragierungen unter Maltitbedingungen – F-Programm (S. 52, 118)

Phase	Isomalt GS (F-Programm)				Maltit (F-Programm)				Maltit (Z-Programm)			
	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}
		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]
1	1	0	300	0	1	0	300	0	1	0	60	0
2	5	55	176	90	5	53	210	90	1	114	360	90
3	5	60	198	42	5	66	240	42	3	53	180	60
4	10	79	185	48	9	83	184	48	6	101	144	90
5	14	86	176	48	13	92	163	48	2	78	120	90
6	7	97	184	60	5	97	136	60	5	134	127	138
7	7	115	137	66	8	116	132	66	5	182	131	180
8	5	125	174	78	7	138	154	78	7	203	172	240
9	6	53	120	150	7	53	120	150	9	203	167	180
10	3	28	72	120	5	28	72	180	4	52	90	180
11	1	0	600	0	1	0	600	0	1	0	600	0
12	1	0	0	600	1	0	0	600	2	23	108	120
13	1	0	900	0	1	0	900	0	1	24	0	600
14									1	25	600	0

Tab. 12-49: Ergebnisse der Dragierungen mit Maltit und Isomalt GS mit den Programmen F und Z (S. 118)

	Isomalt GS	Maltit	
	(F- Programme)	(F-Programm)	(Z- Programm)
Aussehen	6,5	1,3	7,0
Knusprigkeit <i>KN</i>	5,5	5,7	4,0
Lautstärke <i>LA</i>	5,0	6,0	3,5
Bruchverhalten <i>BV</i>	5,0	5,0	5,0
Deckenhärte <i>sen. DH</i>	5,0	6,0	4,5
sen. Gesamtwert <i>SG</i>	5,2	5,7	4,1
Crunch-Zahl <i>CZ</i>	6,6	7,0	6,3
Deckenhärte <i>DH</i> [N]	24,6	21,9	22,0
Kernhärte <i>KH</i> [N]	14,0	17,1	15,2
Kauarbeit <i>KA</i> [Nm]	517,5	527,8	470,3
Elastizität <i>E</i> [N/mm ²]	6,6	6,4	5,9
Knusprigkeit <i>tKN</i>	26,3	22,2	23,2
Wassergehalt Kern [%]	1,7	2,0	1,8
a _w -Wert	0,6	0,5	0,7
v _{tat.} [µm/min]	2,4	2,3	1,9
t _{800 µm} [min]	357,5	409,7	364,3

Tab. 12-50: Programme der Dragierungen unter Maltitbedingungen – L-Programm (S. 52, 119)

Phase	Maltit-Lycoat				Isomalt GS-Sus.			
	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	Zyklen- zahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}
		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]
1	1	0	60	0	1	0	60	0
2	4	78	195	90	1	117	300	60
3	4	94	132	90	7	86	197	60
4	7	106	127	90	8	99	210	30
5	3	78	120	90	2	78	150	48
6	3	117	90	90	11	110	180	48
7	3	123	138	90	15	145	143	30
8	14	135	147	60	5	74	108	30
9	4	67	96	155	5	51	72	240
10	4	28	90	180	1	0	600	0
11	1	0	600	0	2	23	90	120
12	2	22	60	120	1	0	0	600
13	1	0	0	600	1	0	600	0
14	1	0	600	0				

Tab. 12-51: Ergebnisse der Dragierungen mit Maltit mit dem L-Programm im Vergleich zu Isomalt GS-Suspension (S. 119)

	Maltit-Lsg.	Maltit-Sus.	Isomalt GS-Sus.
Aussehen	6,5	6,0	5,0
Knusprigkeit <i>KN</i>	6,0	4,3	5,0
Lautstärke <i>LA</i>	6,0	3,7	4,5
Bruchverhalten <i>BV</i>	4,0	4,7	4,5
Deckenhärte <i>sen. DH</i>	5,5	5,0	4,5
sen. Gesamtwert <i>SG</i>	5,6	4,3	4,7
Crunch-Zahl <i>CZ</i>	5,6	7,1	5,6
Deckenhärte <i>DH</i> [N]	21,9	24,8	27,2
Kernhärte <i>KH</i> [N]	18,0	20,7	17,7
Kauarbeit <i>KA</i> [Nm]	526,3	615,9	561,0
Elastizität <i>E</i> [N/mm ²]	6,4	7,2	6,6
Knusprigkeit <i>tKN</i>	20,5	24,2	26,1
Wassergehalt Kern [%]	1,0	2,5	1,6
a _w -Wert	0,7	0,6	0,7
v _{tat.} [µm/min]	3,1	2,8	3,4
t _{800 µm} [min]	277,3	304,6	270,0

Tab. 12-52: Programme der Isomalt GS-Dragierungen mit Lösungen und Suspensionen unterschiedlicher Konzentration (S. 122)

Phase	Isomalt GS-Lsg. (70 %,Z-Pr., schnell)				Isomalt GS-Lsg. (65 %,Z-Pr., schnell)				Isomalt GS-Sus. (70 %, Pr. 1)			
	Zyklenzahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	Zyklenzahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}	Zyklenzahl	m _{EA}	t _{Tr.}	t _{Vt.}
		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]
1	1	0	60	0	1	0	60	0	1	0	60	0
2	1	102	180	60	1	108	210	60	1	112	210	60
3	3	85	150	60	3	81	180	60	7	90	171	60
4	5	99	156	48	5	97	176	48	8	100	128	63
5	5	103	127	48	5	103	180	48	2	78	90	48
6	12	156	132	123	17	113	130	46	11	116	126	66
7	3	133	132	60	5	135	132	70	14	142	126	60
8	2	103	114	60	4	103	112	60	3	76	108	60
9	3	82	120	60	5	82	108	60	2	56	72	240
10	5	63	84	84	5	63	82	60	1	0	600	0
11	4	41	72	60	4	43	72	60	2	22	90	120
12	1	0	600	0	1	0	600	0	1	0	0	600
13	2	21	90	120	2	22	90	120	1	0	600	0
14	1	0	0	600	1	0	0	600				
15	1	0	600	0	1	0	600	0				
Abstreumenge	6 x 70 g				4 x 70 g				6 x 70 g			
Ausbeute [%]	100				96				99,8			

Tab. 12-53: Ergebnisse der Dragierungen mit unterschiedlich konzentrierten Isomalt GS-Medien (S. 122)

	Isomalt GS-Lsg. (70 %)	Isomalt GS-Lsg. (65 %)	Isomalt GS-Sus. (70 %)	Isomalt GS-Sus. (65 %)
Aussehen	2,0	4,0	4,0	5,0
Knusprigkeit <i>KN</i>	4,0	5,0	4,5	5,0
Lautstärke <i>LA</i>	4,0	5,0	4,5	4,5
Bruchverhalten <i>BV</i>	3,0	2,0	4,0	4,5
Deckenhärte <i>sen. DH</i>	4,0	5,0	5,5	4,5
sen. Gesamtwert <i>SG</i>	3,8	4,5	4,6	4,7
Crunch-Zahl <i>CZ</i>	3,8	3,8	5,4	5,6
Deckenhärte <i>DH</i> [N]	20,6	26,9	29,2	27,2
Kernhärte <i>KH</i> [N]	19,0	22,4	18,4	17,7
Kauarbeit <i>KA</i> [Nm]	530,3	627,9	613,5	561,0
Elastizität <i>E</i> [N/mm ²]	4,5	5,2	6,3	6,6
Knusprigkeit <i>tKN</i>	14,2	17,8	24,3	26,1
Wassergehalt Kern [%]	2,3	2,1	2,1	1,6
a _w -Wert	0,7	0,7	0,7	0,7
v _{tat.} [µm/min]	3,7	3,4	2,9	3,4
t _{800 µm} [min]	247,1	264,5	299,7	270,0

Tab. 12-54: Daten der drei Dragierprogramme zum Thema Maschinenparameter (S. 123)

Phasen	Programm 1				Programm 2				Programm 3			
	Zy- klen	m _{EA}	t _{Tr.}	t _V	Zy- klen	m _{EA}	t _{Tr.}	t _V	Zy- klen	m _{EA}	t _{Tr.}	t _V
		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]		[g]	[s]	[s]
Anwärmen	1	0	60	1	0	0	60	0	1	0	60	0
Befeuchten	2	120	150	60	1	110	180	60	1	110	180	60
langsamer Aufbau	5	95	120	60	6	90	120	60	6	70	96	60
	8	110	108	48	6	100	120	48	6	85	108	48
									5	100	120	48
1. Zwischentrock- nung + Aroma	2	70	90	48	4	70	90	36	3	70	90	36
Deckenaufbau (Hauptphase)	15	130	120	33	10	110	108	30	5	10	108	30
	11	100	132	48	10	120	120	42	5	115	120	42
					10	100	130	48	9	130	150	36
									7	110	138	48
1. Glättung	5	70	108	30	5	70	108	30	5	70	108	30
	5	50	90	60	5	50	90	60	5	50	90	60
2. Zwischentrock- nung	1	0	600	0	1	0	600	0	1	0	600	0
2. Glättung	2	20	30	180	2	20	30	180	2	20	30	180
Jogging	1	0	600	0	1	0	600	0	1	0	600	0
Endtrocknung	1	0	600	0	1	0	600	0	1	0	600	0

Tab. 12-55: Ergebnisse der Dragierungen in Abhängigkeit der Maschinenparameter (MPA, S. 124)

	V-MPA-01	V-MPA-02	V-MPA-03	V-MPA-04	V-MPA-05	V-MPA-06	V-MPA-07	V-MPA-08	V-MPA-09	V-MPA-10	V-MPA-11	V-MPA-12
Ausbeute [%]	38,3	78,0	51,8	94,6	86,7	92,9	83,3	87,8	95,6	97,2	98,9	88,5
Wandhaftung [%]	4,4	3,5	10,0	1,1	0,3	0,5	1,1	0,5	0,9	0,6	1,2	0,6
Konglomerate [%]	47,2	15,0	36,0	3,9	12,4	7,5	15,0	10,1	0,9	2,1	0,2	8,8
Dragierzeit t _{rat} [min]	219,4	177,2	192,0	199,1	193,4	201,3	186,8	185,8	213,8	204,5	178,6	177,8
Dragierzeit t _{33%} [min]	211,4	180,6	201,1	207,4	194,5	199,8	182,5	188,3	216,3	210,4	181,3	174,4
Knusprigkeit KN	3	2	5	3	2	2	3	3	4	3	2	4
Lautstärke LA	4	3	6	3	2	2	3	3	4	3	2	4
Bruchverhalten BV	4	5	4	3	3	3	5	5	3	3	4	4
Deckenhärte sen. DH	5	3	4	4	4	4	4	4	4	2	2	3
sen. Gesamtwert SG	3,8	3,0	5,0	3,2	2,5	2,5	3,5	3,5	3,8	2,8	2,3	3,8
Aussehen	7	7	7	6	6	6	6	6	6	5	6	6
Deckenanteil [%]	34,7	32,3	31,5	31,6	32,8	33,3	33,9	32,5	32,5	31,8	32,5	33,8
Schichtdicke [µm]	588,8	521,6	630,4	592,0	622,9	662,4	586,7	531,8	532,8	527,2	531,2	502,4
Stawb	37,0	23,6	44,2	41,1	33,8	36,6	39,9	29,3	34,0	33,6	24,6	32,2
Wassergehalt Kern [%]	4,0	3,3	3,3	3,3	3,6	3,4	2,5	2,6	2,3	3,0	2,4	2,7
Wassergehalt Decke [%]	5,0	4,6	4,7	4,4	4,5	4,4	4,5	4,6	4,4	4,1	4,3	4,6

Tab. 12-56: Regressionsdaten der Wechselwirkungsmodelle bei Maschinenparameter (S. 125)

Statistische Daten	Ausbeute	KN	BV	Aussehen	Wassergehalt
R ²	0,86	0,9715	0,874	0,71	0,993
Adj. R ²	0,75	0,92	0,76	0,54	0,974
RMS	9,46	0,233	0,34	0,53	0,036
Residual	6	4	6	7	3

Tab. 12-57: Tabellarische Darstellung der Ergebnisse der statistischen Auswertung: Wassergehalt (S. 125)

Vorgaben	Wassergehalt in Decke	
	sinkt	steigt
> Drehzahl	l, p	→
Gegensatz	12 min ⁻¹ + > Feuchte	
Pr. 1/2/3	l, p	→
Gegensatz	Pr. 1 + > Feuchte	
> Feuchte	p	→
Gegensatz		

Tab. 12-58: Ergebnisse der Dragierungen mit Beeinflussung durch Zusatzstoffe (Gruppe 1, S. 128)

Bezeichnung	V-ZS-7	V-ZS-19	V-ZS-10	V-ZS-8	V-ZS-15	V-ZS-2	V-ZS-12
Ausbeute [%]	99,3	99,1	97,2	99,2	97,4	99,6	99,5
Verklebung [%]	0,1	0,2	0,2	0,1	0,7	0,2	0,2
Konglomerate [%]	0,5	0,0	1,7	0,2	2,0	0,0	0,0
Dragierzeit t _{33%} [min]	212,2	217,3	220,9	222,0	222,9	225,6	229,0
Knusprigkeit <i>KN</i>	4,7	4,0	4,3	3,7	4,0	3,5	2,0
Lautstärke <i>LA</i>	4,7	4,0	4,3	3,3	4,0	3,5	2,7
Bruchverhalten <i>BV</i>	2,3	4,5	3,7	4,0	4,0	4,0	2,0
Deckenhärte <i>sen. DH</i>	5,3	4,0	6,0	4,7	4,5	4,5	2,7
Aussehen	6,3	6,0	7,0	6,3	6,0	6,5	6,0
sen. Gesamtwert <i>SG</i>	4,4	4,1	4,5	3,8	4,1	3,8	2,4
Schichtdicke [μm]	570,1	608,0	582,9	574,4	569,6	617,6	617,6
STABW	29,5	26,8	34,1	28,9	31,4	30,0	30,5
Wassergehalt Decke [%]	5,3	5,8	5,8	4,7	5,8	5,2	4,6
Crunch-Zahl <i>CZ</i>	5,7	4,9	5,4	5,1	5,0	5,0	4,8
Deckenhärte <i>DH</i> [N]	29,3	32,4	25,4	28,4	34,1	26,1	23,5
Kernhärte <i>KH</i> [N]	21,4	22,7	21,4	21,0	25,0	21,5	21,3
Kauarbeit <i>KA</i> [Nm]	654,8	706,7	601,6	649,9	776,1	624,0	584,4
Elastizität <i>E</i> [N/mm ²]	7,4	7,1	6,7	6,9	6,7	6,0	6,2
Knusprigkeit <i>tKN</i>	24,9	23,4	23,7	23,2	23,1	21,3	15,4

Tab. 12-59: Ergebnisse der Dragierungen mit Beeinflussung durch Zusatzstoffe (Gruppe 2, S. 128)

Bezeichnung	V-ZS-13	V-ZS-18	V-ZS-9	V-ZS-16	V-ZS-14	V-ZS-21	V-ZS-20	V-ZS-5
Ausbeute [%]	99,5	90,0	99,8	96,3	87,2	99,4	97,8	91,6
Verklebung [%]	0,6	0,8	0,2	1,8	7,4	0,4	18,0	2,9
Konglomerate [%]	0,0	8,5	0,1	0,0	5,3	0,0	0,1	4,3
Dragierzeit $t_{33\%}$ [min]	202,4	208,8	218,3	218,2	223,9	224,7	244,2	261,9
Knusprigkeit <i>KN</i>	2,7	3,0	2,0	5,0	4,0	4,5	4,5	2,5
Lautstärke <i>LA</i>	2,3	4,0	2,0	5,0	4,5	4,5	4,5	3,0
Bruchverhalten <i>BV</i>	5,0	3,0	4,0	5,0	6,0	6,0	5,5	3,5
Deckenhärte <i>sen. DH</i>	3,0	5,5	5,3	5,0	5,5	5,0	6,0	3,5
Aussehen	2,7	6,5	5,7	4,0	6,0	6,5	4,5	5,0
sen. Gesamtwert <i>SG</i>	3,0	3,8	2,9	5,0	4,8	4,8	4,9	3,0
Schichtdicke [μm]	607,5	614,9	563,2	564,8	612,3	554,1	578,1	584,0
STABW	36,7	29,8	38,8	37,3	30,6	28,3	29,7	33,9
Wassergehalt Decke [%]	7,6	5,7	5,2	5,1	6,0	5,7	5,5	5,5
Crunch-Zahl <i>CZ</i>	4,2	2,9	4,5	4,5	5,4	4,5	3,8	4,4
Deckenhärte <i>DH</i> [N]	24,9	29,7	23,4	33,2	27,9	24,2	29,8	27,3
Kernhärte <i>KH</i> [N]	22,4	11,3	20,6	13,3	13,1	10,2	10,8	22,3
Kauarbeit <i>KA</i> [Nm]	649,6	456,4	587,6	531,6	527,8	421,4	488,4	655,2
Elastizität <i>E</i> [N/mm ²]	5,6	6,3	5,4	7,4	6,5	5,5	6,6	5,2
Knusprigkeit <i>tKN</i>	16,6	28,0	15,1	37,6	29,6	27,9	33,0	17,0

Tab. 12-60: Regressionsdaten der Wechselwirkungsmodelle von Zusätzen (S. 129)

Statistische Daten	alle ZS			Ga und TW 60					Ga, TW 60 und Sp 70
	BV	CZ	tKN	KN	BV	DH	CZ	tKN	CZ
R ²	0,969	0,819	0,822	0,94	0,798	0,939	0,905	0,95	0,824
Adj. R ²	0,884	0,68	0,74	0,89	0,564	0,878	0,81	0,90	0,605
RMS	0,41	0,4	3,33	0,29	0,607	0,36	0,14	1,0	0,48
Residual	4	8	9	3	3	3	3	3	4

Tab. 12-61: Tabellarische Darstellung der Ergebnisse der statistischen Auswertung – Ga, TiO₂ und TW 60 (S. 129)

feste Vorgaben	KN		BV		DH		CZ		tKN	
	sinkt	steigt	sinkt	steigt	sinkt	steigt	sinkt	steigt	sinkt	steigt
Ga	←		←		←		←		←	
TW 60	→		→		→		1% →		> 0% →	

Die vorliegende Arbeit wurde auf Anregung von Herrn Prof. Dr. B. Senge und Herrn Dr. K. Rapp im Fachbereich Lebensmittelrheologie der Technischen Universität Berlin sowie in der Zentralabteilung für Forschung, Entwicklung und Services (*ZAFES*) der Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt in Obrigheim/Pfalz in der Zeit vom Mai 1998 bis Mai 2001 durchgeführt.

Herrn Prof. Dr. Senge und Herrn Dr. Rapp danke ich für die interessante Aufgabenstellung und die stets freundliche Unterstützung bei der Anfertigung dieser Arbeit.

Für die anregende fachliche Diskussion und die Überlassung des Arbeitsplatzes bedanke ich mich bei Herrn Prof. Dr. M. Kunz, Herrn Dr. J. Kowalczyk, und Herrn Dr. Rapp von der Südzucker AG sowie bei Frau Willibaldt-Ettle, Frau Radowski, Herrn Fritzsching und Herrn Bayerköhler von der Palatinit Süßungsmittel GmbH. Die anregenden fachlichen Diskussionen mit Herrn Dr. A. R. Haji Begli, Herrn Dr. H. Janßen, Herrn Dr. J. Bernard und Herrn T. Dörr waren eine große Bereicherung für die Anfertigung dieser Arbeit, wofür ich mich sehr herzlich bedanke.

Mein besonderer Dank gilt den Mitarbeitern der Arbeitsgruppe ‚Angewandte Lebensmitteltechnologie‘ der Südzucker AG, Frau S. Weber, Frau V. Herrmann, Frau A. Klein und Herrn B. Haßlinger, der Arbeitsgruppe ‚Chemische Katalyse/Polymerchemie‘ der Südzucker AG, Frau G. Gutheil, Frau A. Janßen und der ‚Physikalischen Meßtechnik‘, Frau Gegel, Frau B. Niemeyer und Herrn A. Milewski für die Unterstützung und Hilfsbereitschaft sowie das stets sehr gute Arbeitsklima.

Weiterhin danke ich allen weiteren Mitarbeitern der *ZAFES*/Südzucker AG für die stets freundliche Unterstützung.

Frau Schulz und Herrn Dr. Blochwitz der Arbeitsgruppe Senge danke ich für das überaus gute Arbeitsklima, die stete Hilfsbereitschaft sowie die anregenden fachlichen Diskussionen.

Mein besonderer Dank gilt meiner Familie und meinen Freunden in Berlin, der Pfalz und Nürnberg, die mich auf meinem Weg begleitet und mich immer unterstützt haben.

Lebenslauf

Name:	Andrea Haseleu
Geburtstag:	30. Januar 1972
Geburtsort:	Berlin
Eltern:	Hans-Joachim Haseleu, Marlies Haseleu, geb. Hoppe
Geschwister:	Michael Haseleu
1978-1984	Hausotter-Grundschule, Berlin
1984-1991	Bertha-von-Suttner-Oberschule, Gymnasium, Berlin
06/1991	Zeugnis der allgemeinen Hochschulreife
10/1991	Beginn des Lebensmitteltechnologiestudiums an der Technischen Universität Berlin
07/1994	erlangtes Vordiplom
08/1997-04/1998	Diplomarbeit bei Prof. Dr. sc. K. Bohn zum Thema <i>Untersuchungen zum Einfluß verschiedener Parameter auf die Kristallqualität von Kühlungskristallisaten</i>
04/1998	Zeugnis des Hauptdiploms
05/1998	Beginn der Dissertation unter Anleitung von Prof. Dr. B. Senge in der Zentralabteilung für Forschung, Entwicklung und Services (ZAFES) der Südzucker AG Mannheim/Ochsenfurt
09/2001	Mitarbeiterin der Entwicklungsabteilung der Fa. Schöller Lebensmittel GmbH & Co. KG

Nürnberg, 03.Januar.2003

Andrea Haseleu

Andrea Haseleu
Leubelfingstraße 103
90431 Nürnberg

Nürnberg, den 03. Januar 2003

Eidesstattliche Erklärung

Hiermit erkläre ich an Eides statt, daß die vorliegende Dissertation selbständig und nur mit den angegebenen Hilfsmitteln von mir angefertigt wurde und ich noch keinen Promotionsversuch unternommen habe.

Andrea Haseleu

Materialwissenschaftliche Untersuchung des Dragierverhaltens von Zuckeralkoholen

-Thesen-

**Vorgelegt von
Dipl.-Ing. Andrea Haseleu
geboren in Deutschland**

**Von der Fakultät III – Prozesswissenschaften
der Technischen Universität Berlin
zur Erlangung des akademischen Grades
Doktor der Ingenieurwissenschaften
Dr.-Ing.
genehmigte Dissertation**

Promotionsausschuss:

Vorsitzender: Prof. Dr. H. Görisch

Gutachter: Prof. Dr. B. Senge

Gutachter: Prof. Dr. H. Kunzek

Tag der wissenschaftlichen Aussprache:

Mai 2003

Berlin 2003

- 1 Systematische grundlagenwissenschaftliche Untersuchungen von Dragierprozessen und Dragiermedien fanden in der Vergangenheit hauptsächlich in der Pharmazie statt. Wesentliches Element der Dragiertechnik war die Anwendung des sogenannten „offenen Kessels“.

Aus diesem Grund wurden im Rahmen dieser Arbeit umfangreiche materialwissenschaftliche und technologische Untersuchungen von Dragiermedien bestehend aus Zuckeralkoholen, speziell Isomalt-Varianten und prozessrelevante Versuche mit einem modernen geschlossenen Dragiergerät durchgeführt.

- 2 Die materialwissenschaftlichen Untersuchungen berücksichtigen unter anderem erstmals die Stabilitätsfassung von Suspensionen auf der Basis von Isomalt, deren disperse Phase aus Polyolpartikeln bestehen. Diese Dragiersuspension findet seit ca. 1994 einzig für die Isomalt-Varianten Verwendung.
- 3 Im Temperaturbereich von 25 °C bis 70 °C steigt die Stabilität der Suspensionen mit der Sättigungskonzentration des gelösten Polyols, vermessen mit dem Partikelanalyser *Turbiscan*, in der Reihenfolge: Isomalt GM < Isomalt ST < Isomalt GS.
- 4 Die Stabilität wird zusätzlich durch das Verhältnis der beiden Komponenten – 1,1-GPM und 1,6-GPS - des Isomalts beeinträchtigt. Je größer der Anteil der schneller löslichen Komponente 1,6-GPS ist, desto stabiler wird die Suspension, weil neben der Aufkonzentrierung auch weniger Partikelgrößenänderungen stattfinden.
- 5 Die derzeitige Beschreibung der fluiddynamischen Kennwerte von Polyollösungen ist nicht eindeutig interpretierbar. Deshalb wurden im Temperaturbereich von 25 °C bis 70 °C mittels Kapillarviskosimetrie 30 %ige, 60 %ige und gesättigte Lösungen nachgeprüft. Eigene rheologische Untersuchungen ergaben, daß die 30 %igen und 60 %igen Systeme mit der Kapillarviskosimetrie gut beschrieben werden können. Die gesättigten Systeme weisen dagegen nicht-Newtonsches Verhalten auf und sind deshalb durch die Angabe einer scheinbaren Viskosität nicht vollständig fluiddynamisch charakterisiert.
- 6 Bei der Untersuchung von mit Zusätzen versetzten praxisrelevanten Dragiermedien (Isomalt ST, Isomalt GS und Maltit) und von Modellsuspensionen mit dem Hochleistungsrheometer (Messsysteme Z1 DIN und Z3 DIN, bei Arbeitstemperatur und gleicher Vorbehandlung der Systeme) kann ein ausgeprägtes nicht-Newtonsches Fließverhalten im Schergeschwindigkeitsbereich von 0,1 – 50 s⁻¹ festgestellt werden.
- 7 Ursache der nicht-Newtonschen Abweichung ist in erster Linie die Polyolkonzentration in Verbindung mit dem Polysaccharid Gummi arabicum. Zur Beschreibung des Deformationssystems wird der Modellansatz von OSTWALD-DE-WAELE mit einem Bestimmtheitsmaß von 0,99 – 0,96 vorgeschlagen.

- 8 Die Fließindizes und damit die Modalität der Strukturierungen sind stark von der Polyolkonzentration oder der Art des Zusatzstoffes abhängig. Es kann aber keine Gesetzmäßigkeit erfaßt werden, was für zukünftige Rezepturenentwicklungen auf das Bestehenbleiben von umfangreichen Voruntersuchungen hin deutet.
- 9 Untersuchungen der Mikroebene durch Oszillationsmessungen und Messungen der Viskositätsänderung bei einer konstanten Schergeschwindigkeit von 50 s^{-1} durch Temperaturniedrigung beweisen ein eindeutiges stoffspezifisches von den Ingredienzien determiniertes fluid-dynamisches Verhalten.

Alle Medien mit Isomalt ST sind durch Phasenumwandlungen (Kristallisation) während der Temperaturniedrigung geprägt, was bisher nicht Stand wissenschaftlicher Erkenntnisse war.

Das Isomalt GS stellt ein intermediäres System dar, das in Abhängigkeit von der Konzentration das rheologische Verhalten von Isomalt ST oder von der Einzelkomponente Maltit einnehmen kann.

Maltit-Systeme dagegen kristallisieren in Folge von Flüssigkeitsentzug durch Abtrocknung und nicht durch einfache Abkühlung und Übersättigung (Konzentrierung).

- 10 Das Verhalten der drei untersuchten Polyole läßt direkt Rückschlüsse auf das Verhalten beim Trocknungs-/Kristallisationsprozeß zu. Die Verwendung von Maltit verlangt spezielle Trocknungsparameter für eine homogene Trocknung, wohingegen sich Isomalt GS etwas weniger empfindlich gegenüber den Trocknungsparameter verhält. Mit Isomalt ST wird der Trocknungsprozessabschnitt am schnellsten und einfachsten realisiert.
- 11 Zusätze beeinflussen die rheologischen Kennwerte auf unterschiedliche Art und Weise, wobei das Hauptcharakteristikum – der Phasenumwandlungseffekt von Isomalt ST – nicht verändert wird.
- 12 Die Auswertung der Prozessviskositätsverläufe mittels eines Online-Rheometers (PHYSICA-RHEOSWING RSD 1-1) bestätigt erstmals, daß ruhende und bei Raumbedingungen langsam abkühlende Dragierlösungen auf ca. 40°C keine Phasenumwandlung erfahren und nur geringe „kritische Viskosität“ von 200 mPas überschreiten.
- 13 Die Untersuchung des für Beschichtungsprozesse wichtigen Materialkennwertes Oberflächenspannung zeigt, daß alle gesättigten Polyollösungen bei $T \geq 40^\circ\text{C}$ eine höhere Oberflächenspannung als Wasser aufweisen.

- 14 Die Oberflächenspannung und die Oberflächenspannungserniedrigung der unterschiedlichen Polyollösungen korreliert mit der Löslichkeit der Zuckeralkohole:

Isomalt GM < Isomalt ST < Isomalt GS < Sorbit < Xylit.

- 15 Der Feststoffanteil in den untersuchten Suspensionen bewirkt keine Oberflächenspannungserhöhung, sondern eher eine Erniedrigung. Zusatzstoffe beeinflussen auf unterschiedliche Art die Oberflächenspannung, wobei Überdosierungen zu einer Abnahme des Oberflächenspannungsverhaltens führen.
- 16 Die durchgeführte Erfassung der Benetzbarkeit von Kaugummikernen ist ein wichtiges Kriterium für das Erzielen der gewünschten Produktqualität.
- 17 Die Geometrieverhältnisse und die Zusammensetzung des Kerns besitzen einen großen Anteil am Prozeßablauf und der Drageequalität. Für den Praktiker ist ein Formfaktor *FF* erarbeitet worden, mit dessen Hilfe vorab die Dragierbarkeit des neuen Kerns bewertet werden kann.
- 18 Die Durchführung von zahlreichen Dragierungen ermöglichte das Zusammentragen vieler neuer Erkenntnisse hinsichtlich Kern- und Rohstoffeinfluß (Konzentration), Maschinenparameter und Zusätze. Durch die Verwendung einer statistischen Versuchsplanung konnte die Anzahl der Versuche relativ klein gehalten werden.
- 19 Es konnte bestätigt werden, daß für jeden Rohstoff in jeder Konzentration und Kombination ein speziell angepaßtes Dragierprogramm benötigt wird.
- 20 Der Einfluß verschiedener Maschinenparameter ist sehr schwer systematisch zu erfassen, weil der Prozeß insgesamt sehr kompliziert und komplex ist.
- 21 Zusatzstoffe zeigen unterschiedliche Einflüsse auf den Sprühstrahl und die Suspensionsverteilung auf den Kernen, was durch die stoffspezifischen Fließeigenschaften und grenzflächenaktive Substanzen hervorgerufen wird und dadurch durchaus positive Auswirkung auf die Dragierung der Oberfläche besitzt. Zu viele verschiedene Zusätze in zu hoher Konzentration bewirken nicht nur einen Fehlgeschmack, sondern können zum Verstopfen der Düsen führen.
- 22 Auf Kundenwünsche kann durch die Auswahl des Rohstoffs und des Mediums (Suspension vs. Lösung) eingegangen werden, weil jedes Polyol und auch Saccharose eine stoffspezifische Produktausprägung bewirkt.
- 23 Erstmals wurde neben den Isomalt-Varianten auch Maltit als Suspension zum Dragieren verwendet, wobei die gleichen Effekte bezüglich der Produktqualität hinsichtlich Suspension vs. Lösung ermittelt wurden.

- 24 Es konnte erstmals mit Hilfe von REM-Aufnahmen gezeigt werden, daß die sensorische Qualität der Drageedecken abhängig von der Art der Medien (Suspension vs. Lösung) ist, wobei die Schichtstruktur zusätzlich geprägt ist durch die Applikation von Mehr- bzw. Einzelkomponenten-Systeme.
- 25 Ergebnisse sensorischer Tests durch ein Prüferpanel und einem Textur-Meßgerät zeigen in dieser Arbeit keine Korrelationen. Es sind aber parallel verlaufende Trends abzuzeichnen.